



TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
Fakulta strojní



Bakalářská práce

Návrh plazmových modifikací povrchu třecích dvojic

Proposal plasma surface modification of friction pairs

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
FAKULTA STROJNÍ
KATEDRA MATERIÁLU

Studijní program: B2341 Strojírenství
Studijní obor: 3911R018 Materiály a technologie
Zaměření: Materiálové inženýrství

Návrh plazmových modifikací povrchu třecích dvojic

Proposal plasma surface modification of friction pairs

KMT – B – 200

Vojtěch Balcar

Vedoucí práce: prof. Ing. Petr Louda, CSc.
Konzultant: Ing. Damian Batory, Ph.D.

Počet stran: 50
Počet tabulek: 13
Počet obrázků: 40
Počet grafů: 2

Datum: 24.5.2013

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

| | |
|------------------|--------------------------------|
| Jméno a příjmení | Vojtěch BALCAR |
| studijní program | B 2341 Strojírenství |
| obor | Materiály a technologie |
| zaměření | Materiálové inženýrství |

Ve smyslu zákona č. 111/1998 Sb. o vysokých školách se Vám určuje bakalářská práce na téma:

Návrh plazmových modifikací povrchu třecích dvojic

Zásady pro vypracování:

(uved'te hlavní cíle bakalářské práce a doporučené metody pro vypracování)

1. Seznamte se s problematikou tvorby tenkých vrstev.
2. Navrhněte vhodné třecí dvojice pro aplikaci plazmově vytvořených tenkých vrstev.
3. Ověřte vhodnost tenkých vrstev pro třecí dvojice.
4. Diskutujte dosažené výsledky a formulujte závěry.



Forma zpracování bakalářské práce:

- průvodní zpráva v rozsahu 25 - 40 stran

- přílohy

Seznam literatury (uveďte doporučenou odbornou literaturu):

1. Musil J., Vlček J., Baroch P., Magnetron discharges for thin films plasma processing (2006) Oxford ISBN 0-08-044496-2.
2. Musil J.: Physical and mechanical properties of hard nanocomposite films prepared by reactive magnetron sputtering (2006) New York ISBN 0-387-25642-3.
3. Sedláček V.: Povrchy a povlaky kovů, Ediční středisko ČVUT, Praha 6, Žitná 4, 1992.
4. Daňourek K.: Vybrané technologie povrchových úprav, skripta, Liberec 2007.
5. Musil J., Vyskočil J.: Tenké vrstvy nitridu titanu, ČASV studie 1989, Academia nakladatelství Československé akademie věd, Praha 1989.
6. Rother B., Vetter J.: Plasma – beschichtungsverfahren und hartstoffschichten, Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig 1992.

Vedoucí bakalářské práce: prof. Ing. Petr Louda, CSc.

Konzultant bakalářské práce: Ing. Damian Batory, Ph.D.

L.S.

prof. Ing. Petr LOUDA, CSc.
vedoucí katedry

doc. Ing. Miroslav MALÝ, CSc.
děkan

V Liberci dne 30.10.2012

Platnost zadání bakalářské práce je 15 měsíců od výše uvedeného data (v uvedené lhůtě je třeba podat přihlášku ke SZZ). Termíny odevzdání bakalářské práce jsou určeny pro každý studijní rok a jsou uvedeny v harmonogramu výuky.

Anotace

Tato bakalářská práce se zabývá návrhem plazmových modifikací povrchu třecích dvojic. Cílem teoretické části bylo seznámení se základními metodami tvorby tenkých vrstev. Dalším bodem teoretické části bylo navrhnout vhodné třecí dvojice pro aplikaci plazmově vytvořených tenkých vrstev, za účelem snížení ztrát třením a opotřebením ve spalovacím motoru. V praktické části bylo hlavním účelem ověřit vhodnost tenkých vrstev pro třecí dvojice, deponováním vrstev za různých parametrů procesu a porovnat výsledky.

Klíčová slova

Tenká vrstva, třecí dvojice, opotřebení, chemická metoda povlakování, fyzikální metoda povlakování, uhlíková vrstva podobná diamantu

Annotation

This bachelor's thesis describes the design of plasma surface modification of friction pairs. The theoretical part was to learn the basic methods for producing thin films. Another point of theoretical part was to design a suitable friction pairs for the application of plasma generated thin film to reduce friction and wear in internal combustion engine. In the practical part, the main purpose is to check the suitability of thin films for friction pairs, depositing layers for different process parameters and compare the results.

Keywords

Film, friction pair, wear, chemical vapour deposition, physical vapour deposition, diamond like carbon film

Prohlášení

Byl(a) jsem seznámen(a) s tím, že na mou bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci (TUL) nezasahuje do mých autorských práv užitím mé bakalářské práce pro vnitřní potřebu TUL.

Užiji-li bakalářskou práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědom povinnosti informovat o této skutečnosti TUL; v tomto případě má TUL právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Bakalářskou práci jsem vypracoval(a) samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím bakalářské práce a konzultantem.

Datum

Podpis

Poděkování

Srdečně děkuji prof. Ing. Petru Loudovi, CSc., Ing. Zbigniewu Rozkowi, Ph.D., Ing. Mateuszowi Fijalkowskiemu, Ph.D. za veškerou pomoc, podporu, cenné připomínky a rady k této bakalářské práci. Mé poděkování patří také, Ing. Davidu Pospíšilovi, Ing. Damianovi Batoremu, Ph.D., Ing. Pavlovi Kejzlarovi, Ing. Adamovi Hotařovi, Ph.D. za pomoc a rady při experimentální části této práce.

Seznam symbolů a zkratek

| | |
|-------------------------------|---|
| CVD | Chemická metoda depozice |
| PVD | Fyzikální metoda depozice |
| PA | Podporované plazmou |
| PE | Vylepšené plazmou |
| RF | Rádiová frekvence |
| DLC | Uhlíková amorfnní vrstva podobná diamantu |
| MS | Magnetronové naprašování |
| EGR | Recirkulace spalin |
| C ₂ H ₂ | Acetylen |
| CH ₄ | Metan |
| Ti | Titan |
| μm | Mikrometr |
| nm | Nanometr |
| NO _x | Oxid dusíku |
| eV | Elektronvolt |
| Pa | Pascal |
| °C | Stupeň Celsia |
| HV | Tvrдость podle Vickerse |
| C | Uhlík |
| Si | Křemík |
| Mn | Mangan |
| P | Fosfor |
| S | Síra |
| Cr | Chrom |
| Mo | Molybden |
| Ni | Nikl |
| V | Vanad |
| sccm | Standartní kubický centimetr za minutu |
| kW | Kilowatt |

Obsah

Seznam symbolů a zkratk

| | |
|--|-----------|
| 1. Úvod..... | 10 |
| 2. Výskyt a vlivy opotřebení..... | 12 |
| 2.1 Opotřebení..... | 12 |
| 2.1.1 Adhezivní opotřebení..... | 13 |
| 2.1.2 Abrazivní opotřebení..... | 14 |
| 2.1.3 Erozivní opotřebení..... | 14 |
| 2.1.4 Kavitační opotřebení..... | 15 |
| 2.1.5 Únavové opotřebení..... | 16 |
| 2.1.6 Vibrační opotřebení..... | 17 |
| 2.2 Opotřebení ventilového rozvodu..... | 17 |
| 2.3 Opotřebení klikového hřídele..... | 19 |
| 2.4 Pístní skupina..... | 19 |
| 2.5 Mazání..... | 19 |
| 3. Metody vytváření tenkých vrstev a jejich zkoušení..... | 21 |
| 3.1 Čištění povrchu substrátu..... | 21 |
| 3.2 Chemická metoda depozice (CVD)..... | 22 |
| 3.3 Fyzikální metoda depozice (PVD)..... | 24 |
| 3.3.1 Napařování..... | 24 |
| 3.3.1.1 Napařování elektronovým paprskem..... | 25 |
| 3.3.1.2 Napařování obloukovým výbojem..... | 26 |
| 3.3.2 Naprašování..... | 26 |
| 3.3.2.1 Magnetronové naprašování..... | 27 |
| 3.4 Metoda CVD za použití plazmatu – PECVD..... | 28 |
| 3.5 Metoda magnetonového naprašování ve vysokofrekvenčním poli - RF-PACVD/MS..... | 29 |
| 3.6 Tribologické zkoušky..... | 29 |
| 4. Uhlíkové tenké vrstvy podobné diamantu (DLC)..... | 31 |
| 4.1 Vlastnosti tenkých uhlíkových vrstev (DLC)..... | 32 |
| 4.1.1 Optické vlastnosti..... | 32 |
| 4.1.2 Elektrické vlastnosti..... | 33 |
| 4.1.3 Chemické vlastnosti..... | 33 |
| 4.1.4 Mechanické vlastnosti..... | 33 |
| 4.1.5 Tribologické vlastnosti..... | 33 |
| 4.2 Aplikace tenkých uhlíkových vrstev (DLC)..... | 34 |

| | |
|--|----|
| 5. Experimentální část | 35 |
| 5.1 Charakteristika litinového a ocelového materiálu | 35 |
| 5.1.1 Šedá litina | 35 |
| 5.1.2 Ocel | 35 |
| 5.2 Příprava vzorku | 36 |
| 5.3 Tvorba vrstev | 37 |
| 5.4 Měření nanotvrdosti | 39 |
| 5.5 Tribologické zkoušky | 41 |
| 5.6 Zkoumání tloušťky vrstvy | 43 |
| 6. Diskuze výsledků | 47 |
| 7. Závěr | 49 |
| 8. Literatura | 50 |

1. ÚVOD

Většina užitných vlastností kovů a slitin jsou určovány stavem povrchu. Příkladem jsou např. odraz a pohlcení světla, různé způsoby opotřebení např. obrábění, oxidace a koroze a tření. Proto se věnuje velká pozornost poznávání nebo zlepšování stavu povrchu, tak i vytváření povlaku s různými vlastnostmi [1]. Úspěšné vyřešení ochrany materiálu je podmíněno vždy přesným vymezením všech technických ekonomických i ekologických kritérií a faktorů charakterizující daný problém.

- **Technická kritéria:**

- vlastnosti a parametry povrchu resp. povlaku,
- životnost povlaku resp. výrobku,
- požadavky parametrů jakosti,
- nároky na údržbu.

- **Technicko-Ekonomická kritéria:**

- energetická náročnost výroby,
- závislost na surovinách,
- prodejnost (výrobní cena),
- požadavky na spolupráci.

- **Ekologická kritéria:**

- recyklovatelnost výroby,
- ekologická výroba (omezení vlivů na životní a pracovní prostředí),
- eliminace odpadů,
- zpracování odpadů.

Význam rozvoje povrchových úprav a vytváření povlaků není pouze o získávání dalších funkčních vlastností povrchu materiálu, ale taky v rozvoji možností projekčních, konstrukčních a technologických záměrů ve strojírenství. Dlouhodobé cíle povrchových úprav a vytváření povlaků jsou v podstatě stejné, jako dlouhodobé cíle ve strojírenství jako celku a ty zní takto:

- zvyšování provozní spolehlivosti a životnosti povrchových úprav a povlaků,
- zvyšování technických parametrů povrchových úprav a povlaků,
- snižování výrobních nákladů, hlavně úsporami energií a materiálů,
- humanizace výroby, automatizací a robotizací,
- omezení znečištění životního prostředí.

Důležitým faktorem povrchových úprav a vytváření povlaků je tření a otěr. Tření a otěr úzce souvisí s pístovými stroji (spalovací motory, kompresory, čerpadla) [7].

Spalovací motor lze nazvat tepelnou elektrárnou, která je využívána po celém světě, jako pohon motorových vozidel. Za dobu své existence se spalovací motory stále mění, zvyšuje se výkon, snižuje spotřeba, snižuje se celková hmotnost motoru, zavádí se stále více elektrotechnických prvků, ale základní principy zůstali stále stejné. Už od počátku první konstrukce motorů byl řešen problém s opotřebením a třením funkčních částí. Většího významu se této problematice dostávalo s neustálým zvyšováním měrného výkonu, díky kterému dochází ke zvýšení tlaku a teplot v pracovním prostoru.

Konstrukce motoru ale není pouze nejlevnější a nejlepší řešení, ale jako v každém odvětví strojírenství je silně ovlivněna ekonomickým hlediskem, které jsou spojeny se snižováním měrné spotřeby a obsahem škodlivých látek ve výfukových plynech. Právě kvůli požadavkům na ekologičnost a plynulý chod motoru se stále hledají řešení na snížení tření a opotřebení vnitřních částí motoru.

Už od prvních konstrukcí strojů se věnovala pozornost opotřebení a tření. Tyto problémy nastaly s objevem parního stroje (James Watt, 1782) a následného vynalezení spalovacího motoru (Gottlieb Daimler, 1885). V počátcích byl problém tření a opotřebení řešen hlavně pomocí mazání oleji. Byli to hlavně řepkový olej, rybí tuk a pomocí lojů, ale postupem času bylo nezbytně nutné tyto oleje nahradit kvalitními mazivy. Motorové oleje neslouží pouze k mazání, ale i k odvodu tepla a nečistot, utěsňování pracovního prostoru. Hledají se hlavně různá aditiva, která posouvají vlastnosti maziv k lepším výsledkům. Motorový olej musí odolávat vysokým teplotám, ale zároveň musí poskytovat dostatečnou ochranu při studeném startu motoru. Dále mazivo zajišťuje separaci povrchů a to vede ke snížení opotřebení třecích dvojic. Dalším vývojem bylo snižování viskozity maziv a tím ke snížení vnitřního odporu a následného snížení množství spáleného paliva. Toto všechno vede ke snižování hodnot zplodin. Práce s oleji a mazivy ovšem souvisí s jistými omezení a snižování opotřebení a tření není už tak výrazné jako dříve. Z toho důvodu se spíše rozvoj orientuje na lepší rozvod oleje do pracovních prostorů, ale nejvíce progresivní metodou pro snížení opotřebení a tření se jeví v rozvoji nových povlaků a úprav povrchu třecích dvojic [2].

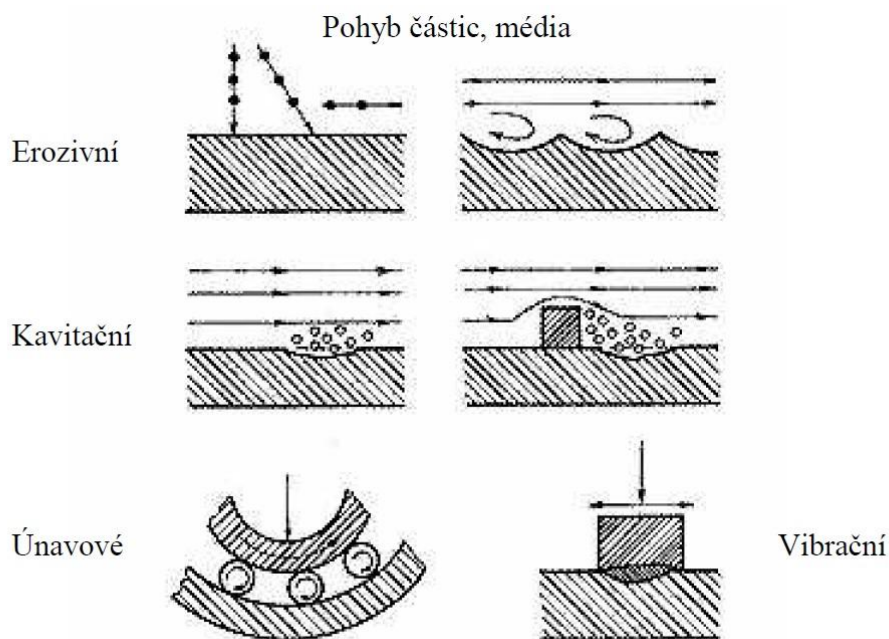
Cílem této bakalářské práce je najít vhodnou tenkou vrstvu, která bude snižovat již zmíněné problémy, týkající se spalovacích motorů. Vrstva bude plazmaticky deponována na substrát a následně zkoumaná. Hlavním bodem jsou tribologické vlastnosti, ale i další vlastnosti vrstvy, aby obstála v praxi. Substrát bude z materiálu, ze kterého jsou vyrobeny funkční části motoru, které mají velký vliv na celkové ztráty třením a opotřebením. Vytvořením správné tenké vrstvy s dobrými tribologickými vlastnostmi vede k větším výkonům, ke snížení třecích ztrát, snížení spotřeby paliva a k vyšší účinnosti motoru.

2. VÝSKYT A VLIVY OPOTŘEBENÍ

Kvůli požadavkům na vyšší výkon a nižší měrnou spotřebu dochází ke zvýšení teploty a tlaků v pracovním prostoru motoru. Výsledkem těchto požadavků je větší namáhání součástí použitých v motorech. Opotřebení v motoru se vyskytuje na mnoha místech. K těm nejzávažnějším patří styk klikového hřídele v ložiscích, ve ventilovém rozvodu a hlavně ve spalovacím prostoru, při styku pístové soustavy a válce motoru. Většina kontaktů je mazána mezním mazáním, které jen na několika místech přechází v hydrodynamické. Mechanické ztráty v pístových spalovacích motorech jsou okolo 20%. Pokud je toto vztaženo k celkové účinnosti okolo 35% u benzínových motorů a 40 % u naftových motorů, tak snížení mechanických ztrát je problém, kterému je potřeba se věnovat. Z celkových ztrát třením připadá okolo 50% právě na tření mezi pístem a válcem, ze kterých je 70 až 80% způsobeno pístními kroužky. Toto je způsobeno i tím, že mazivo je ve spalovacím prostoru narušováno přítomností pohonných hmot. U benzínových motorů je problém s nízkým Ph a u Dieslových motorů jsou problém saze, které snižují účinnost maziva [2].

2.1 Opotřebení

Opotřebení je změna povrchu, rozměrů nebo vlastností tuhých těles, které se snažíme minimalizovat. Opotřebení je způsobeno vzájemným působením funkčních povrchů nebo povrchu a média, které způsobuje opotřebení. V technické praxi dochází ke kombinaci různých druhů opotřebení. Jako příklad lze uvést únavové opotřebení ozubených kol při současném působení abrazivních částic. Na obr. 1 jsou znázorněny základní druhy opotřebení. [3]



Obr. 1 Základní druhy opotřebení [3]

Dle ČSN 015050 „Opotřebení materiálu. Názvosloví.“ se rozděluje opotřebení na 6 základních druhů [3]:

- Adhezivní,
- abrazivní,
- erozivní,
- kavitační,
- únavové,
- vibrační.

2.1.1 Adhezivní opotřebení

Adhezivní opotřebení vzniká při oddělování a přemísťování částic kovu mezi dvěma stykovými plochami, což je způsobeno při relativním pohybu funkčních ploch porušováním povrchových vrstev materiálů. Prostřednictvím velkého množství kontaktních plošek a zároveň působení velkých sil dojde ke styku povrchů, vzniknou plastické deformace a vytváří se mikrospoje. Při vzniku mikrospojů dochází k ohřevu materiálů a tím vzniká vhodné prostředí k chemickým reakcím mezi kovem a okolním prostředím, které může urychlit opotřebení.

K adhezivnímu opotřebení dochází u např. kolejnic, kluzných ložisek, čepů. Velikost opotřebení závisí na zatížení kontaktní dvojice, volbě materiálů, opracování funkčních povrchů. Takové opotřebení lze výrazně snížit vhodným mazáním kontaktních povrchů. Mazivo odděluje kontaktní plochy a snižuje lokální napětí špičky a zároveň působí jako chemická ochrana povrchů. Na obr. 2 je příklad adhezivního opotřebení pístního čepu. [3]



Obr. 2 Adhezivní opotřebení pístního čepu [3]

2.1.2 Abrazivní opotřebení

K abrazivnímu opotřebení dochází při oddělování částic z funkčního povrchu působením tvrdého a drsného povrchu druhého tělesa – abrazivní částice. Abrazivní opotřebení je typické, pokud vzniknou výrazné rýhy na povrchu funkční plochy nebo funkčních ploch, pokud vnikne abrazivní částice mezi pracující funkční plochy tělesa. Počet vzniklých rýh bude nepřímo úměrný velikosti abrazivní částice, šířka rýhy je přibližně 20-30% velikosti částice.

Pro příklad vzniká abrazivní opotřebení na např. opotřebení zubů lžíce rypadel, zmenšení tloušťky stěny potrubí dopravující písek, vznik rýh na pístu a pouzdru válce spalovacího motoru.

Zjednodušeně řečeno, velikost opotřebení je závislé na poměru tvrdosti funkční plochy a abrazivních částic. Platí, že čím tvrdší bude abrazivní částice, tím měkčí by měl být povrch funkční plochy a opačně. Vzniku abrazivního opotřebení lze účinně snížit u spalovacích motorů dobrou filtrací nasávaného vzduchu a dobrou filtrací motorového oleje. Na obr. 3 je příklad abrazivního opotřebení pístu. [3]



Obr. 3. Abrazivní opotřebení pístu [3]

2.1.3. Erozivní opotřebení

Erozivní opotřebení vzniká, když dopadají částice obsažené v proudícím médiu na povrch funkční plochy. Vše závisí na velikosti energie dopadající částice, pokud je dostatečná, tak v závislosti na úhlu dopadu dojde k vytlačení nebo oddělení materiálu z funkční plochy. Částice jsou unášeny proudem kapaliny (čerpadla, turbíny) nebo proudem vzduchu (ventilátory, vzduchotechnika). Velikost opotřebení závisí na více faktorech, např. rychlost a úhel dopadu částice, chemické složení proudícího média, velikost, tvar a tvrdost částice. K největšímu erozivnímu opotřebení dochází za situace, kdy moduly pružnosti dopadající částice i funkční plochy jsou velké a stejné. Ovšem erozivního opotřebení je v jednom případě požadováno a tím je tzv. otryskávání kovových dílů kovovými broky.

Pokud kapalina nebo vzduch proudí velikou rychlostí, vyvolá dynamické účinky na povrchu funkční plochy a vzniká erozivní opotřebení. Snížit velikost opotřebení lze snížit konstrukčním řešením, které povede k rovnoměrnému rozložení rychlostního pole proudícího média. Tvrdé povrchy dobře odolávají dopadu částic pod malým úhlem a naopak měkké materiály jsou odolnější při dopadu částic pod větším úhlem, např. kolmo k povrchu. Na obr. 4 je příklad erozivního opotřebení kulového uzávěru. [3]



Obr. 4 Erozivní opotřebení kulového uzávěru [3]

2.1.4 Kavitační opotřebení

Ke kavitačnímu opotřebení dochází při oddělování částic kovu z funkčních ploch materiálu, kde proběhne zánik kavitačních „bublin“, které vznikají v kapalině. Ke kavitaci dojde v kapalině, pokud proudící kapalina dosáhne takovou rychlost, kdy dojde ke snížení tlaku kapaliny. Tím dochází ke vzniku kavitačních bublin vyplněné párou (plynem), které implodují na povrchu funkčních ploch. Pokud bublina imploduje, tak uvnitř vzniká rázová vlna, která způsobí deformaci na povrchu materiálu. Poté vznikají oblasti, kde tlak kapaliny dosáhne tlaku okolo 10^3 MPa a teploty v řádu stovek stupňů. Z toho vyplývá, že současné materiály nesnesou takové deformace, pokud jsou jim vystaveny delší dobu a proto je nutné se konstrukčně zabývat problematikou, jak omezit takové opotřebení.

Jedním z řešení omezující kavitační opotřebení částí spalovacího motoru (hlavy válců, oběhové čerpadlo, pouzdra válců) je zvýšení tlaku v chladícím okruhu a úprava chladicí kapaliny chemickými prostředky. Pokud toto není možné, je nutné zajistit dobrou a přístupnou udržitelnost namáhaných dílů. Na obr. 5 je příklad kavitačního opotřebení pouzdra válce. [3]



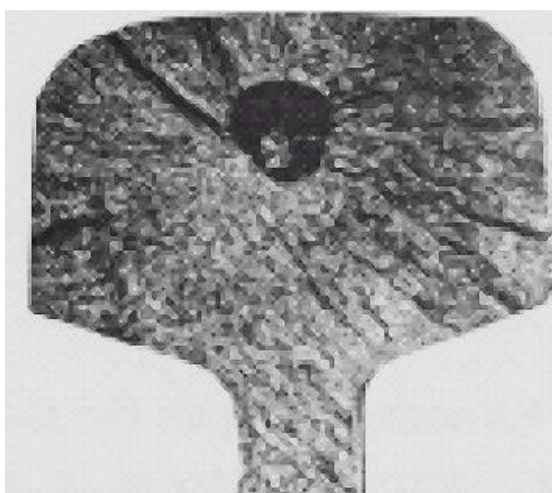
Obr. 5 Kavitační opotřebení pouzdra válce motoru [3]

2.1.5 Únavové opotřebení

Únavové opotřebení je postupné rozšíření poruch v povrchové vrstvě funkčních ploch. Vznikají postupně se rozšiřující oblasti mikrotrhlin, které se postupem času spojují, a tím vzniká postupně rozsáhlejší oblasti únavového opotřebení. Únavové poškození vzniká cyklickým namáháním součásti, pokud je deformace pod mezí kluzu materiálu, tak vzniká vysokocyklová únava, pokud je deformace nad mezí kluzu materiálu, tak vzniká nízkocyklová únava.

Únavové opotřebení lze poznat při kontaktním namáhání různými projevy. Jeden případ je tvoření pitingu, kdy vznikají jamky oblého tvaru na povrchu funkční plochy, typický příklad jsou ozubená kola. Dalším projevem je vznik spalingu, to znamená, že se odlupují tenké tvrzené povrchové vrstvy materiálu.

Velkým problémem je vznik únavového opotřebení u kolejnic, kdy se jedná zejména o bezpečnost. Na obr. 6 je znázorněný únavový lom kolejnice. [3]



Obr. 6 Únavový lom kolejnice [3]

2.1.6 Vibrační opotřebení

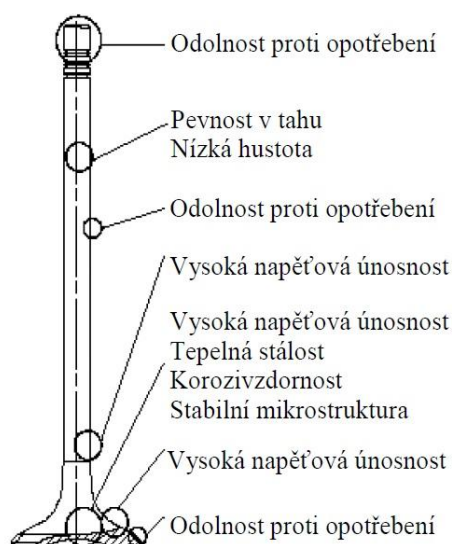
Vibrační opotřebení vzniká, pokud se dvě funkční plochy po sobě posunují vlivem kmitání a zároveň při působení normálového zatížení. Amplitudy kmitavého pohybu mohou být malé, v řádu 1 až 100 μm . Pokud vzniká vibrační opotřebení, tak navíc vznikají oxidy železa s typicky hnědočervenou a hnědočernou barvou. V technické praxi vzniká vibrační opotřebení nejvíce u valivých ložisek, čepů, nalisovaných spojení náboje kola a hřídelů. Kmity, které vyvolávají opotřebení, mohou vznikat vlivem vlastní práce stroje nebo vnějším zdrojem. Na obr. 7 je vidět vibrační opotřebení valivého ložiska. [3]



Obr. 7 Vibrační opotřebení valivého ložiska [3]

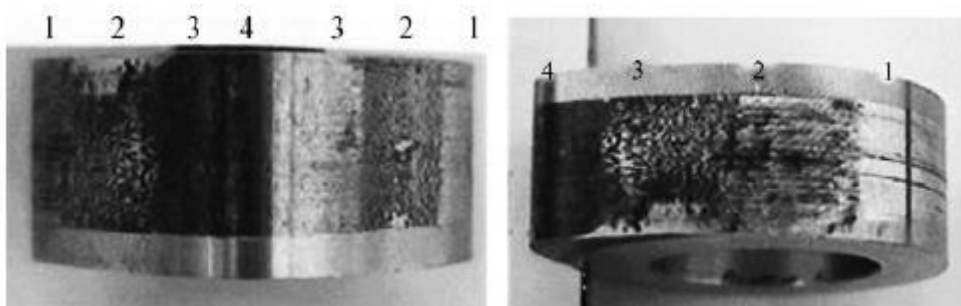
2.2 Opotřebení ventilového rozvodu

Ventilové rozvody jsou vysoce náchylné na opotřebení a to zvláště výfukové ventily jsou vystaveny extrémnímu zatížení. Výfukový ventil pracuje za vysokého tlaku a teploty zhruba kolem 800°C. Ventily se vyrábějí z oceli třídy 14 a 16, podobně jako vačkové hřídele. Obr. 8 popisuje všechny kritéria, které musí ventil splňovat. Podle tyto požadavky, by vedly k vysoké ceně materiálu, ze kterého by ventil byl vyroben. Cena je v dnešním automobilovém průmyslu velice důležitým kritériem.



Obr. 8 Zatížení a konstrukční požadavky na ventil [2]

Při sledování opotřebení vačkového hřídele se došlo k zajímavému závěru, že k největšímu opotřebení nedochází na špičce vrcholu vačky, ale ve stoupání k němu. Na obr. 9 je zřejmé opotřebení vačky.



Obr. 9 Opotřebení vačky [2]

Pozorování opotřebení bylo při suchých nemazaných podmínkách, tudíž výsledky mazaného kontaktu se mohou lišit. Vačka je nejvíce vystavena adhezivnímu opotřebení. Zároveň kontakt mezi vačkou a ventilem je styk nekonformně zakřivených těles, který připomíná kontakt ve valivém ložisku.

Dalším místem opotřebení ve ventilovém rozvodu je uložení samotného vačkového hřídele. Ovšem dnes jsou ložisková uložení na takové úrovni, že opotřebení na takových místech je minimální a řešení povrchových úprav, by nebylo tak efektivní. V rozvodovém mechanismu jsou další místa, která podstupují opotřebení, ale lze říct, že tyto místa se dají srovnat s opotřebením na vačkovém hřídeli a ventilu. [2]

2.3 Opotřebení klikového hřídele

Materiály použité na klikové hřídeli jsou odlišné, od materiálů použitých na vačkovém hřídeli. Kliková hřídel není tolik namáhána na otlacení a tak, hlavní požadavky jsou spíše orientovány na vysokou únavovou životnost.

U klikových hřídelí se vývoj hlavně zaměřil na zlepšení použitých materiálů a výroby, kdy se od litých hřídelí přešlo na hřídele kované. S příchodem skládaných hřídelí se naskytla možnost použití různých materiálů. Dnes se nejvíce používá nerezová ocel, která je v čepech ještě povrchově kalena a následně, jako u vačkových hřídelů, je povrch nitridován nebo cementován.

Uložení klikového hřídele je dnes řešen pomocí bronzové výstelky ložisek. I vývoj ložiskových pouzder se stále posouvá dopředu. Navíc jsou ložiskové materiály shodné s jinými používanými za podobných podmínek. [2]

2.4 Pístní skupina

Nejvíce namáhaným prostorem ve spalovacím motoru je spalovací prostor. Hlavní částí pístní skupiny je samotný píst, pístní čep, pístní kroužky a stěna válce. Hlavní opotřebení vzniká mezi pístním kroužkem a válcem. Součásti ve spalovacím prostoru nejsou namáhány stále stejným napětím. Ve spalovacím prostoru se mění teplota, tlak a mazací podmínky, tudíž z toho vyplývá, že na pístní čep je kladen vysoký nárok na únavovou životnost a na pístní kroužky zejména tepelnou stálost.

U Dieslových motorů je problém systém EGR. EGR je jeden ze způsobů, jak snížit poměr škodlivých plynů ve spalínách. Princip spočívá ve smíchání spalín se vzduchem, to vede ke snížení teploty hoření. Ve spalínách se objevuje NO_x a jeho koncentrace závisí právě na teplotě hoření. Pokud je teplota hoření nižší, tak jeho výskyt klesá. EGR má však špatný vliv na opotřebení stěn válců, pístních kroužků a ventilových rozvodů.

Při recyklaci se do oběhu motoru dostávají saze, které mají rozměr 0,2 až 0,5 μm . Tloušťka mazacího filmu je 0,025 μm a menší, porovnáním obou hodnot, lze usoudit, že saze zde působí jako brusná zrnka a přes olejovou vanu se roznáší do všech mazaných částí motoru.

Mazání pístové části je zajištěno pomocí vtlačení oleje do pórů v materiálu, jedná se tedy o chemický mazací film, proto je potřeba materiál, který je do jisté míry pórovitý. V těchto pórech se mazivo usadí a může déle zajistit proces mazání pístní skupiny. [2]

2.5 Mazání

Hlavní omezení motorového oleje je rozběh. Pokud je motor nastartován, tak určitou dobu trvá, než se olej roznese do celého mechanismu spalovacího motoru. Z tohoto důvodu se hledají různé přísady, které ochrání motor při startu. Například jednou z těchto přísad je zinkový dialkyldithiophosphate (ZDDP). Snížení tření a opotřebení nesouvisí jen v použitém oleji, ale taky v konstrukci oběhového systému maziva ve spalovacím motoru.

Dříve bylo mazání zajištěno rozstříkem z olejové vany pomocí klikové hřídele, ovšem dnešní mazací systém je velice složitý a propracovaný systém. Olej se nachází v olejové vaně,

tudíž nepříjde téměř do styku s klikovou hřídelí, jedná se tedy o tzv. suché klikové hřídeli. Z vany je mazivo rozváděno přes olejový filtr rozváděn do celého motoru.

Důležitým faktorem je filtrace maziva. Motorový olej se musí měnit. Existují 2 způsoby výměny. První způsob, který se používá v USA, je výměna oleje po ujetí 5000 mil. Druhý způsob, který se používá na území Evropské Unie, je výměna po ujetí 15 000 km. Ale u obou případů se nemění pouze motorový olej, ale i olejové filtry. Olejové filtry zadržují abrazivní částice, které jsou ve spalovacích prostorech velice nežádoucí. S novými technologiemi mikrovláken a nanovláken jsou této problematice otevřeny nové možnosti. [2]

3. METODY VYTVÁŘENÍ TENKÝCH VRSTEV A JEJICH ZKOUŠENÍ

Za poslední léta došlo k velkému rozvoji nových fyzikálních technologií, zejména technologií plazmatického vytváření tenkých vrstev, iontové implantace, laserem stimulované depozice vrstev, povrchové modifikace materiálů plazmatem a laserovými svazky. Prudký rozvoj těchto technologií zásadním způsobem ovlivnil vědecký, technický, technologický a hospodářský rozvoj po celém světě. Tyto nové technologie a poznatky umožňují:

- vytvářet vrstvy a povlaky nových a přesně definovaných vlastností,
- vyvíjet nové a dokonalejší technologické postupy povrchové úpravy materiálu,
- povlakování běžných materiálů vrstvami, které přináší výrazné kvalitativní zlepšení jejich užitných vlastností, a tím i větší úspory deficitních kovů,
- realizovat nové důmyslnější a perspektivnější prvky u zařízení a systémů.

Největších úspěchů ve světě bylo dosaženo zejména v oblasti plazmatických vytváření tenkých vrstev. Rozvoj plazmatických technologií a jejich zavedení do průmyslu měl vliv zejména v mikroelektronice a optoelektronice, ale v dalších odvětvích, jakými jsou výkonová polovodičová technika, vakuová technika, optika, laserová a supravodičová technika, strojírenství, automobilový, letecký, kosmický, chemický a textilní průmysl, tak i v medicíně a biologii.

Pro vytváření tenkých vrstev bylo vyvinuto velké množství metod. Metody je možné rozdělit do tří základních skupin:

1. Metody chemické, CVD (Chemical Vapor Deposition),
2. Metody fyzikální, PVD (Physical Vapor Deposition),
3. Metody chemické za iniciace plazmy, PA CVD (Plasma Assisted CVD) nebo PE CVD (Plasma Enhanced CVD).

Všechny tyto metody mají řadu modifikací, které umožňují připravovat vrstvy předepsaných vlastností na substrátech různých geometrií [6].

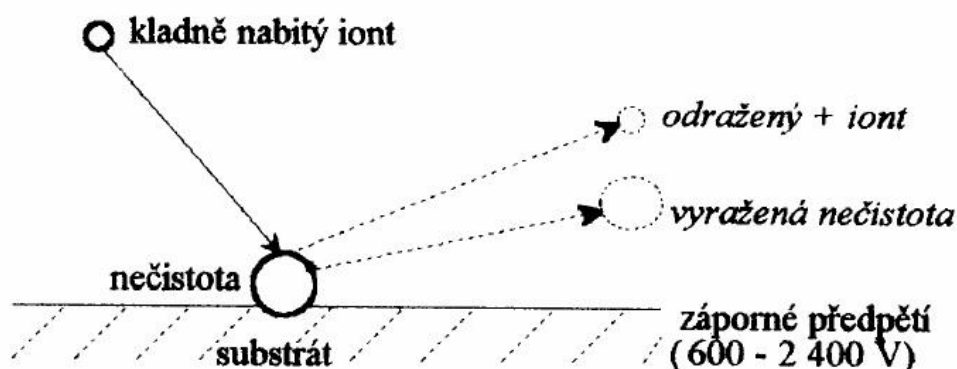
3.1 Čištění povrchu substrátu

Depozice vrstev se provádí jako finální operace na hotovém, již připraveném substrátu. Povrch substrátu musí být kovově čistý (broušený, leštěný), to všechno kvůli dobrým adhezním vlastnostem. Dále je potřeba povrch substrátu očistit od organických a anorganických nečistot. Při chemickém čištění se povrch musí mechanicky očistit povrch od makronečistot a to u všech technologií depozice. Jako další způsob je možné u některých depozic použít čištění povrchu pomocí iontového bombardu.

Iontové čištění (iontový bombard nebo iontový etching) je velmi důležitou fází před samotným nanášením vrstvy na substrát. Takové čištění je založeno na principu kdy, kladně nabitě ionty odpařené katody kovu nebo procesního plynu, např. Argon, které dopadají na povrch substrátu, na kterém se nachází atomy nečistot, které mají vysokou poruchovou energii. Ionty odpařeného kovu nebo procesního plynu mají vysokou kinetickou energii (cca

10 eV) a tím dojde k vyřazení nečistot z povrchu substrátu (obr. 10). Energie dopadajících iontů je určena záporným předpětím přivedeného na substrát, tlaku plynu v komoře, hmotností ionizovaných částic, jejich proudovou hustotou a úhlem dopadu, výhodné je použít Argon, jehož ionizované částice, jsou těžké. Při společném působení odporového ohřevu na stěnách se jedná o hlavní způsob dosažení depoziční teploty. Teplota se měří pomocí termočlánků v komoře, která je kalibrována na reálnou teplotu povrchu substrátu. Pokud jsou špatně zvoleny parametry iontového čištění (čas a předpětí), tak může dojít k nežádoucí modifikaci povrchu substrátu, např. u slinutého karbidu. V praxi byla taková destrukce zjištěna na nástroji, kde došlo k úbytku kobaltu v povrchu substrátu.

Při procesu iontového bombardu, který probíhá v depozičním zařízení, nelze přesně určit stav povrchu substrátu. Pokud tedy dojde k nežádoucí modifikaci povrchu a následné depozici vrstvy, tak je tento problém odhalen až při zkouškách vrstvy nebo v praxi. Iontový bombard je velmi důležitou součástí při zvyšování adhezních vlastností depoziční vrstvy [5].



Obr. 10. Schéma principu iontového čištění [5]

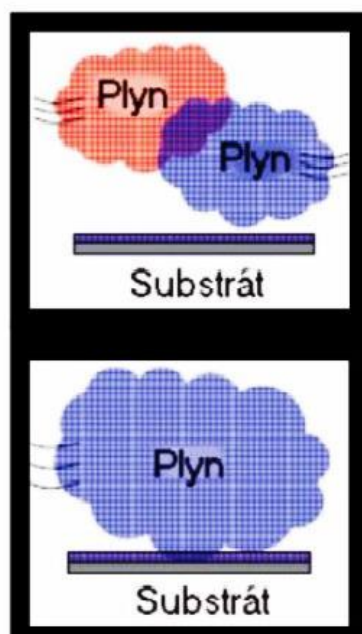
3.2 Chemická metoda depozice (CVD)

Chemická depozice vrstev z plynné fáze je vytváření povlaku na substrátu reakcí chemických sloučenin přiváděných v plynném stavu k povrchu tohoto substrátu. Chemické povlakování představuje soubor chemických reakcí probíhajících v plynné fázi a na rozhraní plynné a pevné fáze za určitého tlaku a současného dodávání energie (obr. 11). Při tom vznikají vedle těkavých látek i technicky využitelné pevné látky určitých vlastností. V závislosti na stupni přesycení (poměru parciálních tlaků reakčních plynů v okolí substrátu a rovnovážných parciálních tlaků) a v závislosti na teplotě mohou reakce probíhat buď homogenně v plynné fázi, kdy vznikne prášek nebo krystalické aglomeráty, nebo heterogenně na povrchu substrátu růstem povlaku nebo vrstev sloučeniny. Pokud je malé přesycení, tak dochází k epitaxnímu růstu povlaku, naopak s rostoucím přesycením a klesající teplotou se povlaky stávají postupně polykrystalickými až amorfními. K tvorbě prášků v plynné fázi dochází při velkých přesyceních a nízkých teplotách.

Důležitou roli při metodě CVD mají absorpční jevy, hlavně to jsou chemisorpce, difusní procesy u povrchu tuhé fáze a zákonitosti molekulární dopravy v plynné fázi. Řídicím dějem může být doprava hmoty nebo reakce na povrchu tuhé fáze.

Tvorbou a růstem tuhé fáze na substrátu se připravují povlaky z kovů i polovodičů, sloučeniny, hlavně nitridy, karbidy, boridy, oxidy a silicidy pro nejrůznější účely v elektrotechnice i optice, povlaky využitelné při přeměnách energie nebo jako ochrana proti korozi, oxidaci nebo otěru. Velká část je věnována tvrdým otěruvzdorným vrstvám pro řezné i tvářecí nástroje a konstrukční součásti strojů.

Vlastnosti povlaků značně ovlivňuje typ přechodové vrstvy mezi substrátem a povlakem a na struktuře povlaku. Pro zajištění dobrého spojení povlaku a substrátu je lepší postupný přechod vrstev, který je dosažen při vzájemné rozpustnosti a vzniku tuhého roztoku. Při vzniku sloučenin záleží na jejich vlastnostech a tloušťce. Dobré mechanické vlastnosti a korozní odolnost mají povlaky s jemnozrnnou strukturou, velkou hustotou a hladkým povrchem. Pro zlepšení struktury povlaku je možné využít současně nanášení inhibitoru nebo je možné ovlivnit růst vrstvy mechanickým způsobem.



Obr. 11 Schéma metody CVD [4]

Stejně jako u dalších povlaků, je u CVD povlaků důležitým parametrem vnitřní napětí a adheze. Vnitřní napětí se určují podmínkami vzniku a růstem zárodků. Napětí může být tlakové i tahové a jeho velikost je ovlivňováno rozdílem roztažnosti, změnou hustoty, výskytem poruch, dutin i fázovými transformacemi. Velký význam mají také nečistoty na povrchu substrátu a parametry procesu. Velká napětí v místech spojení povlaku a substrátem velice snižují životnost povlaku. Snižování napětí je možné vytvářením přechodových vrstev a řízením struktury povlaku. Na snížení adheze působí chemické narušení povrchu substrátu, přítomnost tenkých oxidů nebo nečistot na substrátu. Vytváření práškových nebo vločkových povlaků, při vzniku zárodků v plynné fázi na povrchu substrátu je také nepříznivé [1].

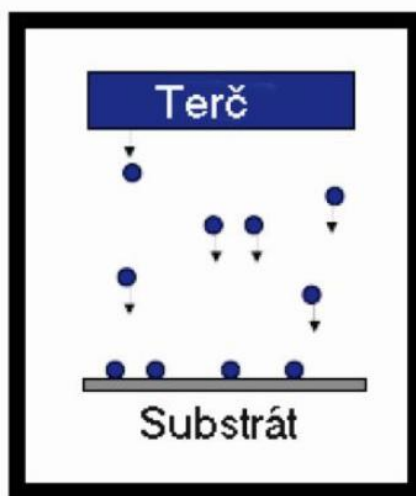
Metoda CVD má mnoho procesů a systémů, které lze rozdělit dle různých hledisek:

- Nízkoteplotní a vysokoteplotní,
- atmosférické a nízkotlaké,
- s horkou nebo chladnou stěnou,
- otevřené nebo uzavřené.

Použití metody CVD je velice ovlivněno vysokou teplotou depozičního procesu (cca 1000°C). U některých materiálů tuto metodu nelze použít, protože depoziční metoda musí být nižší, aby při následné depozici nedošlo k degradaci substrátu. Další nevýhoda tohoto procesu je ovlivnění základního materiálu (snížení pevnosti v ohybu), nemožnost vytváření povlaků na ostrých hranách a tahová zbytková pnutí ve vrstvě [5].

3.3 Fyzikální metoda depozice (PVD)

Do fyzikální metody depozice se zařazují dvě hlavní metody vytváření povlakové vrstvy z par kovů a sloučenin. Jedna metoda je napařování a druhou je katodové napařování. U obou metod jsou ještě různé kombinace a varianty s využitím zdrojů tepla, ionizace nebo urychlování reakčních látek pro tvorbu chemických sloučenin. Základní metody jsou popsány níže. Obr. 12 popisuje základní princip metody PVD.



Obr. 12 Schéma metody PVD [4]

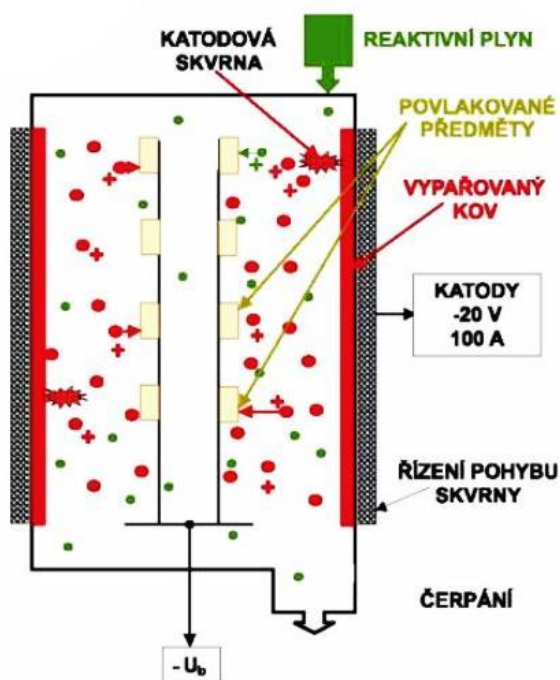
3.3.1 Napařování

Princip napařování je relativně snadný a byl už dávno využíván. Do kovu nebo slitiny je přiváděno teplo z různého zdroje a tuhá nebo kapalná fáze se přemění na páry, které kondenzují na povrchu substrátu (obr. 13). Pro dosažení co nejvyšší rychlosti procesu, ale hlavně pro potlačení oxidace, probíhá tento proces ve vakuu nebo nízkém tlaku inertních nebo jiných plynů.

Vlastnosti vytvářených vrstev jsou závislé na hustotě a energii dopadajících částic, jejich ionizaci i technologických parametrech, jako je tlak plynu a jeho složení nebo stupeň vakua, teplota substrátu, velikost předpětí, ale i geometrické podmínky zařízení. Důležitou částí je prostorové rozložení substrátů, na kterém je závislá homogenita povlaku.

Vytváření tenkých povlaků metodou fyzikálního napařování je běžný u kovů s nízkou teplotou tání a vypařování, ale je možné tuto metodu použít i pro vytvoření povlaků z materiálů s vysokým bodem tání, kterými jsou, např. nitridy, karbidy apod. V takovém případě se pro vytváření povlaků používá chemická reakce mezi kovem a plynem se vznikem žádané sloučeniny a kondenzace na substrátu, místo použití přímého vypařování. Potom se takový způsob označuje jako reaktivní odpařování.

Pro spuštění reakce je nutné částice plynné fáze aktivovat buď samovolnou ionizací nízkonapěťovým oblouku, popřípadě elektronovým svazkem nízkého napětí nebo vnější aktivací různými způsoby [1].



Obr. 13 Schéma metody napařování [4]

3.3.1.1 Napařování elektronovým paprskem

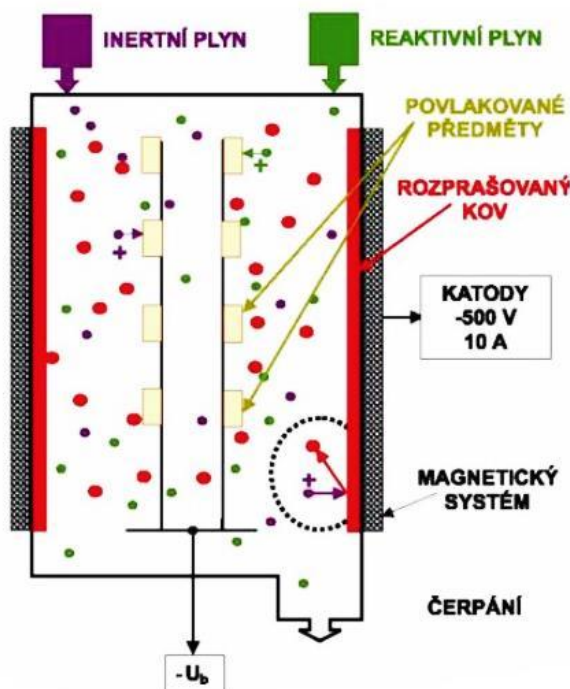
V tomto případě depozice je terč (odpařovaný materiál) zapojen jako anoda (+), k ohřevu a následnému odpaření dochází důsledkem bombardování povrchu materiálu elektronovým svazkem. Odpařený terč je následně kondenzuje na substrátu, který je zapojen jako katoda (-). Touto metodou odpaření pomocí svazku elektronů bude mít vznikající vrstva dobrou jakost a bude homogenní, složená z konglomerátů zkondenzované hmoty, pokud jsou dodrženy správné parametry procesu [8].

3.3.1.2 Napařování obloukovým výbojem

Tato metoda odpařování je výhodná, svou vysokou rychlostí odpařovaného materiálu a rychlostí ionizace plazmatu, díky oblouku, který vzniká mezi elektrodami. Dosahuje teploty kolem 15 000°C. Za těchto podmínek je možné odpařit každý elektricky vodivý materiál. Ionizovaný materiál je urychlován směrem k substrátu předpětím, které je záporné. Při transportu ionizuje atomy plynné atmosféry a následně ionizované atomy vytváří depoziční vrstvu [9].

3.3.2 Naprašování

Základním požadavkem PVD metod je zajistit dostatečnou ionizaci par kovů, reaktivního a inertního plynu při pracovní teplotě, rovnoměrné rozdělení iontů v prostoru i na povrchu substrátu. Poměr mezi tokem reaktivního (pracovního) plynu a tokem kovu určuje složení povlaku. Sloučenina vzniká pochodem fyzikálně-chemických dějů na povrchu substrátu dopadajících částic (obr. 14). Rychlost vytváření povlakové vrstvy závisí na rychlosti naprašování, syntéze a kondenzaci, typu zařízení, uspořádání substrátů během procesu a technologických parametrech.



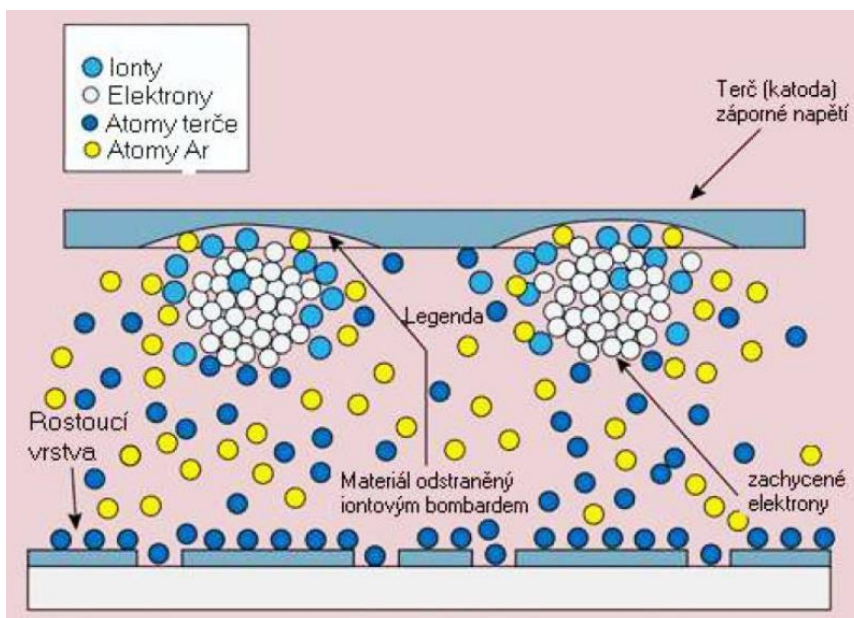
Obr. 14 Schéma metody naprašování [4]

Významným posunem reaktivního naprašování ve strojírenství je příprava povlaků na bázi nitridů nebo karbidů přechodových kovů především titanu. Sloučeniny titanu mají některé specifické vlastnosti, které závisí na způsobu přípravy. Další výhodou této metody je i příprava povlaků sloučenin, které mají nestechiometrický charakter. Technologické způsoby vytváření povlaků a jejich rozhodující parametry se liší u různých typů zařízení.

Základní typy zařízení využívají pro iontový zdroj magnetrony, nízkonapěťový oblouk nebo i další zdroje. Základní rozdíl mezi nimi určuje emise částic z katody. V případě magnetronového zdroje je energie emitované částice 10 eV na atom s podílem 1 až 10% iontů. V případě nízkonapěťového oblouku je energie částice 50 eV na atom s podílem 80% iontů. Velkým nedostatkem nízkonapěťového oblouku je tvorba mikročástic (drobných kapiček), které mají negativní vliv na vlastnosti povlakové vrstvy. Magnetronový zdroj má nevýhodu v případě, kdy je obtížné kontrolovat rychlost nanášení iontovým bombardováním, protože jsou silné vazby mezi toky iontů inertního i reaktivního plynu a energií kondenzujících částic i teplotou substrátu. Dále není tok iontů v komoře homogenní [1].

3.3.2.1 Magnetronové naprašování

Proces magnetronového naprašování se skládá ze samotné vakuové komory, která je čerpána na vysoké vakuum, tlak v komoře se pohybuje okolo 1 Pa. Uvnitř komory je uchycen terč (odprašovaný materiál), který má požadované složení a pod ním je umístěn substrát (povlakovaný materiál). Konkrétní geometrie komory není přesně definována a může se výrazně lišit. Terč je zapojen jako katoda a na něj se přivádí napětí. Do komory je přiveden inertní plyn, nejčastěji je používán argon. Po přivedení napětí vzniká mezi terčem a substrátem plazma. Argonové ionty bombardují povrch terče, odkud se rozprašují částice z terče a jsou deponovány na substrát (obr. 15). Pod materiálem terče je umístěn magnet, který je chlazený. Pomocí magnetu, vzniká magnetické pole, které zefektivňuje ionizaci inertního plynu a tím zlepšuje vlastní depozici na substrát.



Obr. 15 Schéma metody magnetronového naprašování [4]

Tato metoda je možná i v případě, kdy je potřeba rozprašovat nevodivé materiály, jakými jsou keramické povlaky. Podmínkou je použití střídavého vysokofrekvenčního signálu, který dokáže vybíjet hromadící se elektrické náboje. Pokud bude do komory přidáván ještě plyn reaktivní, kterým může být kyslík nebo dusík, tak při vhodně nastavených

podmínkách budou růst oxidové nebo nitridové vrstvy rozprašovaného kovu z terče. Potom se taková metoda nazývá reaktivní magnetronové naprašování. Nevýhoda této metody spočívá v nalezení a udržení depozičních podmínek.

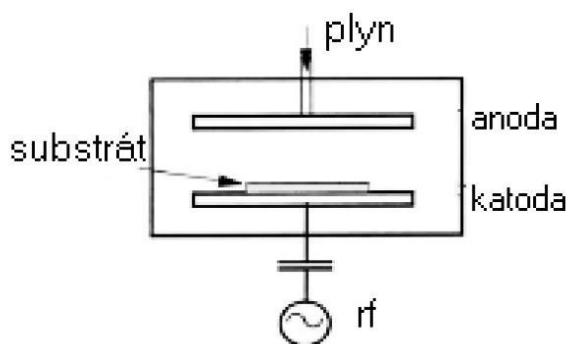
Výhodou této metody je, že se dají deponovat i větší plochy a vytvářená vrstva si zachovává přesný poměr složek, za kterých je rozprašován [10].

3.4 Metoda CVD za použití plazmatu – PECVD

Metoda CVD za použití plazmatu – PECVD (Plasma Enhanced CVD) je nejpoužívanější metodou pro tvorbu uhlíkových povlaků. Principem metody je zvýšení energie plynné atmosféry v komoře pomocí její ionizace a aktivace v plazmatickém výboji. Běžně se používá vysokofrekvenční výboje (RF 100kHz – 40MHz). Takové energeticky výbojové prostředí je vhodné pro rozklad molekul na různé složky – elektrony, ionty, atomy, volné radikály atd. Při této metodě dochází k chemickým reakcím za mnohem nižší teploty než u konvenčních metod CVD.

Takovéto chemicky aktivované plazma umožňuje snížit teplotu potřebnou pro vznik vrstvy na povrchu substrátu. Takže vysokoteplotní reakce, kterými dříve bylo možné vytvářet povlaky jen na méně teplotně citlivých materiálech, je možné vytvářet i na substrátech teplotně citlivých.

Plazma je možné vytvářet pomocí vnějšího zdroje v podobě nízkofrekvenčního střídavého napětí, vysokofrekvenčního střídavého napětí, stejnosměrné napětí, pulzní stejnosměrné napětí nebo reaktivním plynem, např. C_2H_2 , CH_4 . RF-PECVD komora se skládá ze dvou elektrod. Na jedné je upevněný substrát a druhá může být celá komora. Rf (vysokofrekvenční) zdroj vytváří plazma mezi elektrodami (obr. 16). [5]



Obr. 16 Schéma metody RF-PECVD [5]

3.5 Metoda magnetronového naprašování ve vysokofrekvenčním poli RF-PACVD/MS

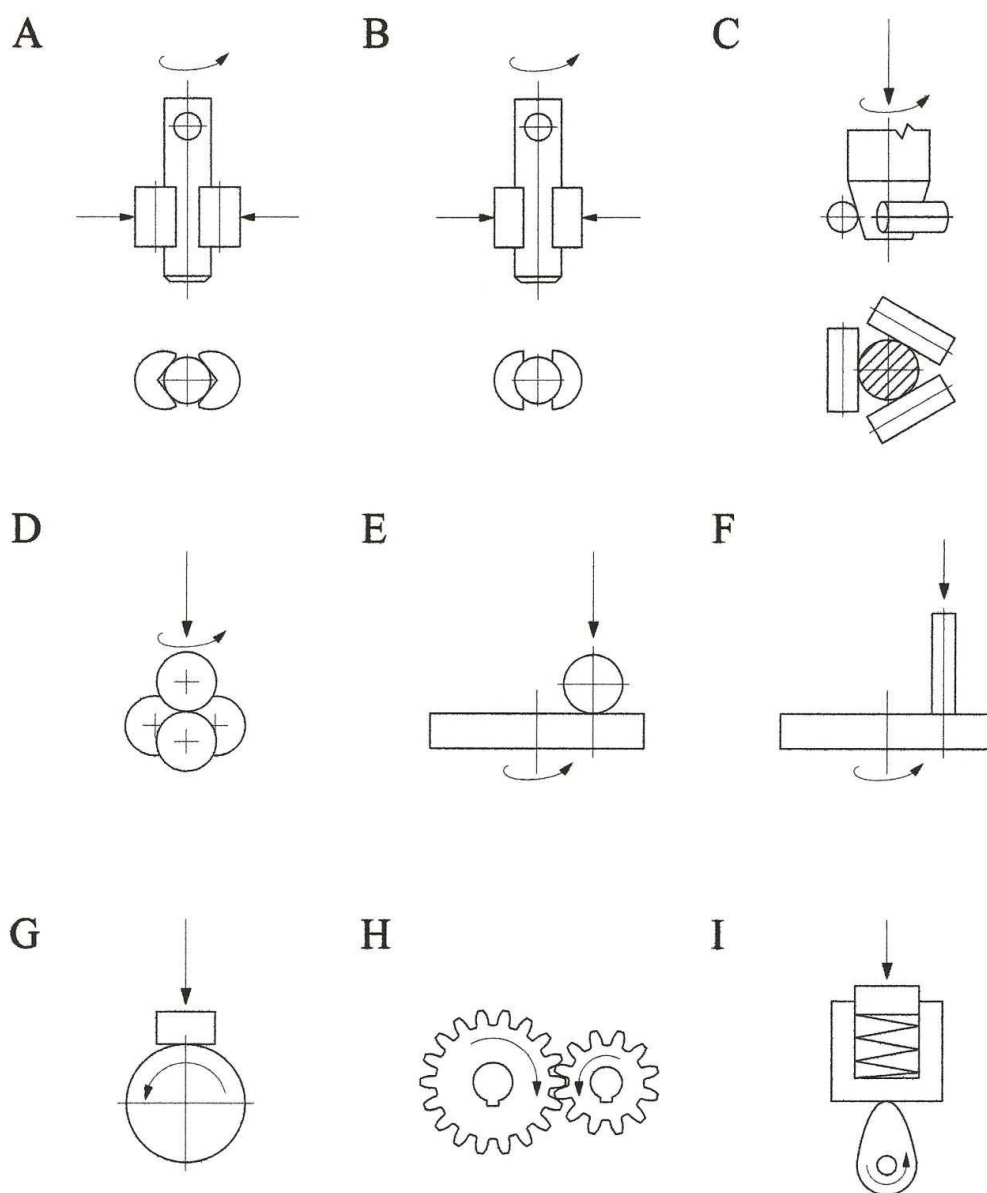
Touto metodou jsou vytvářeny gradientní vrstvy nebo multivrstvy, pokud jsou spojeny metody magnetronové naprašování a chemická depozice z plynné fáze podporovaná plazmou. Toto řešení má výhodu v přilnavosti vytvářené vrstvy k substrátu, díky plynulému přechodu vrstev, např. u vrstvy (Ti:C), od kovové až k uhlíku. Zařízení pro vytváření vrstev metodou RF-PECVD s magnetronovým naprašováním je postaven na bázi reaktoru RF, kde je v horní části komory umístěno zařízení pro magnetronové naprašování. Metoda je výhodná vzhledem k nepřerušování procesu, kdy je deponována vrstva kovu pomocí magnetronového naprašování a následně nastavením jiných parametrů procesu je pomocí chemické depozice nanесena plynule vrchní vrstva [11].

3.6 Tribologické zkoušky

Hlavním cílem a požadavkem na tribologické zkoušky jsou optimalizace technologie a parametrů nanášených tenkých vrstev z pohledu, kdy je vrstva vystavena skutečným pracovním podmínkám v praxi, tedy laboratorní zkoušky zkoumají chování tenké vrstvy za podmínek podobných skutečným předpokládaným podmínkám. Výsledky těchto zkoušek podstatně rozšiřují vědomosti o vrstvách a použitém řešení, ale samotný výsledek zkoušek je pro provozní podmínky omezen. Omezení často vyplývá z extrémních podmínek, kterým je vrstva vystavena, ale které jsou nutné pro dosažení výsledků. Nejčastěji se provádí porovnání součástek v dosavadním řešení a novým s tenkou vrstvou. Pokud tyto jsou výsledky uspokojivé, provádí se testy na reálných objektech.

Zařízení pro tribologické zkoušky se nazývají tribometry a jsou různého druhu a cílem těchto zkoušek je vystavení vrstvy základním provozním podmínkám třecího páru, kterými jsou součinitel tření a odolnost proti opotřebení a zadření. Základní části tribometru pro tribologické zkoušky jsou třecí hlava (ta simuluje geometrii, kinematiku a podmínky zátěže a mazání), pohonný mechanismus, zatěžovací mechanismus, soustava pro měření a záznam síly (momentu) tření. Můžeme se taky setkat se zařízením pro nepřetržitý záznam opotřebení, mazací systémy, mechanismy pro stabilizaci teploty mazací látky.

Výsledkem tribologických zkoušek jsou diagramy odporu tření (síly nebo momentů síly) a měření velikosti spotřeby zaznamenávané nepřetržitě, pravidelně nebo jako ztráta hmotnosti vzorku (váhové opotřebení). Jako doplnění u tribologických zkoušek může být pozorování (SEM) nebo chemická analýza zkoušeného povrchu [11].



Obr. 17 Schémata základních konfigurací na tribometrech [11]

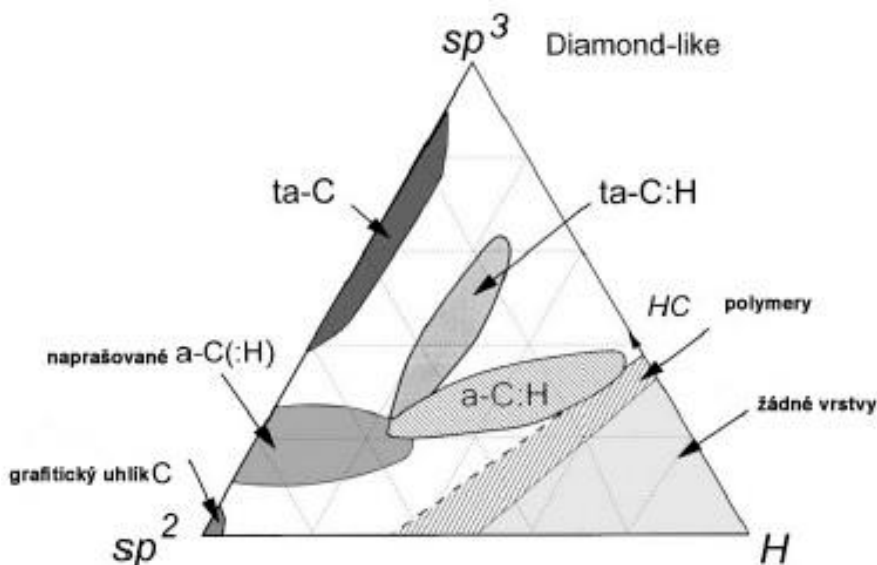
A: váleček – dva hranoly, B: pŕlpánev – krouček, C: tři válečky – kužel, D: čtyřkulový přístroj, E: ball on disc, F: pin on disc, G: váleček – kostka, H: dvojice ozubených kol, I: simulace vačkového mechanismu [11].

4. UHLÍKOVÉ TENKÉ VRSTVY PODOBNÉ DIAMANTU (DLC)

Tenké uhlíkové vrstvy podobné diamantu DLC (Diamond Like Carbon) jsou tvořené amorfni strukturou, která je složená z grafitického uhlíku, diamantového uhlíku a z vodíku v různých poměrech a v závislosti na podmínkách procesu. Tenké vrstvy DLC mají široké spektrum složení, které je znázorněné na obr. 17. Ternární fázový diagram představuje hlavní skupiny složení podle obsahu vodíku a podle vazeb uhlíkových atomů. Bod sp^2 představuje grafitový typ vazby a bod sp^3 odpovídá diamantové vazbě. Obecně lze připustit, že amorfni uhlíková tenká vrstva je tvořena nanokompozitem grafitu, diamantu a uhlovodíkových polymerů. Pokud je měněn poměr těchto složek, tak jsou dosahovány zajímavé mechanické a chemické vlastnosti těchto vrstev, kterými jsou například Youngův modul, tvrdost, lomová houževnatost, součinitel tření, chemická reaktivnost, opotřebení a další [12].

K hlavním skupině DLC vrstev patří [12]:

- Hydrogenované povlaky DLC ($a-C:H$), získávají se použitím nosiče C a H, kterým jsou metan nebo acetylen a jejich rozkladem v plazmě.
- Bezvodíkové povlaky DLC ($ta-C$ a $a-C$), které se získávají použitím grafitového targetu pro laserové rozrušení nebo obloukové napařování.



Obr. 18 Ternární fázový diagram povlaků DLC [12]

DLC vrstvy je možné deponovat s použitím různých depozičních technik. Běžně se deponují v nízkoteplotní plazmě z uhlovodíkového reaktivního plynu, který je štěpen a ionizován v plazmě. Radikály a ionty, které vznikají z plynné fáze, dopadají na povrch substrátu, kde tvoří narůstající vrstvu. Vrstvy jsou vytvářeny rozkladem uhlovodíkových plynů, kterými jsou, např. metan, acetylen nebo propan. Pokud jsou přidány další plyny (vodík, kyslík, dusík, nebo další) k uhlovodíku, tak se změní chemické složení a atomová struktura. Je to velice efektivní způsob změny vlastností vrstev [5].

4.1 Vlastnosti tenkých uhlíkových vrstev (DLC)

Tenké vrstvy podobné diamantu díky své chemické inertnosti, korozivzdornosti a odolnosti proti opotřebení jsou dnes velmi vyhledávaným materiálem. Mezi základní parametry, které ovlivňují vlastnosti DLC povlaků, patří kromě poměru uhlíku a vodíku také množství, typ vazeb mezi uhlíkem a vodíkem, koncentrace vazeb sp^3 , sp^2 , H a zda se vyskytují ve vrstvách jiné prvky.

Vlastnosti, které charakterizují DLC vrstvy:

- metastabilní amorfni materiál,
- a-C:H obsahují 10 – 60% vodíku,
- více než 50% celkového množství vodíku může být nevázané,
- vysoká tvrdost (10 – 60 GPa),
- vysoké vnitřní tlakové pnutí (do 10 GPa),
- vysoká otěruvzdornost,
- chemická odolnost,
- vysoký elektrický odpor,
- optická transparentnost ve viditelném a infračerveném spektru,
- hodnota plastické tvrdosti mezi 2000HV („čisté“ a-C:H) a 3000HV (vrstvy a-C:H s přísadou – např. Si, Ti),
- nízký koeficient tření proti oceli bez použití maziva (relativní vlhkost 50%) - $\mu=0,1$,
- koeficient tření proti keramickému materiálu SiC v prostředí bez použití materiálu (relativní vlhkost 50%) - $\mu=0,05$.
- elastické zotavení – 90%,
- potlačují adhezi k ostatním materiálům,
- maximální pracovní teplota 600°C (ocel) a 800°C (keramika),
- DLC vrstva může být deponována na tyto materiály: ocel, hliník, hořčík, sklo, všechny druhy keramiky, plasty, zinek, mosaz.

4.1.1 Optické vlastnosti

Elektro-optické a mechanické vlastnosti DLC vrstev se odvíjí od schopnosti atomů uhlíku zaujmout dva druhy hybridizačních stavů. DLC vrstvy propouštějí infračervené světlo (s výjimkou vazeb CH), slabě absorbují viditelné spektrum a absorbují UV, které úměrně stoupá s klesající vlnovou délkou. Pro kontrolu optických vlastností DLC vrstev je kritický obsah vodíku. Odstranění vodíku z hydrogenovaných DLC vrstev způsobuje ztrátu v infračervené propustnosti.

Index lomu a jeho spektroskopické vlastnosti jsou závislé na podmínkách přípravy a obsahu vodíku ve vrstvě. Je závislý na iontovém bombardu rostoucí vrstvy, pokud iontový bombard roste, tak roste i index lomu. Vyšší index lomu obvykle indikuje DLC vrstvy se silnějším zesíťováním, vyšší tvrdostí a lepší odolností proti opotřebení.

4.1.2 Elektrické vlastnosti

Uhlík se vyskytuje v různých formách. Od grafitu až po diamant, tudíž elektrické vlastnosti DLC vrstev mohou být různé od polovodičů až po izolátory. Diamant je popisován vysokou pohyblivostí elektronů, je to polovodič. DLC vrstvy jsou charakteristické vysokým elektrickým odporem. Tento odpor se mění s depozičními podmínkami, přítomností dusíku nebo přítomností dalších kovů ve vrstvě [5].

4.1.3 Chemická odolnost

DLC vrstvy jsou za pokojové teploty chemicky neaktivní ke každému rozpouštědlu a nejsou a nejsou napadány kyselinami, hydroxidy nebo organickými rozpouštědly. Vrstvy jsou velmi stálé i k silné směsi kyseliny např. ($\text{HNO}_3:\text{HF} = 7:2$) a jsou odolné i alkalickým (zásaditým) roztokům, když jim byly vystaveny několik hodin při teplotě 85°C . Z toho plyne, že DLC vrstvy jsou velice dobrým korozivzdorným povlakem [5].

4.1.4 Mechanické vlastnosti

DLC povlaky jsou velice tvrdé vrstvy, které dosahují hodnoty v rozmezí 10-30 GPa. Mají i velmi silné vnitřní napětí v rozsahu 0,5 – 7 GPa, které ovlivňuje tloušťku vrstev. Adhezní síly musí překonat toto napětí, aby se zabránilo oddělování vrstev od substrátu.

Napětí v DLC vrstvách je spojeno s podílem sp^3 vázaného uhlíku, které klesá s rostoucím tlakem při nanášení vrstev a je také ovlivněno předpětím, které závisí na depozičních parametrech. Toto souvisí při použití depozice pomocí metody RF PECVD. Dále napětí souvisí s obsahem vodíku ve vrstvách. Bylo zjištěno, že DLC vrstvy s nižším obsahem vodíku měly vyšší napětí než vrstvy s vyšším obsahem vodíku. Naopak klesá, pokud je vrstva dopována dusíkem [5].

4.1.5 Tribologické vlastnosti

Tenké uhlíkové vrstvy podobné diamantu jsou velice dobrým materiálem právě kvůli vynikající odolnosti proti opotřebení a nízkému koeficientu tření v prostředí bez použití maziva. Koeficient tření a odolnost proti opotřebení u typu vrstev na bázi a-C:H závisí hlavně na depozičních parametrech a pracovním prostředím. Tyto vrstvy mají nízký koeficient tření především při kluzném pohybu.

Tribologické schopnosti a vlastnosti DLC vrstev se mění podle prostředí. Koeficient tření je extrémně nízký ve vakuu nebo inertní atmosféře (0,04 až 0,006). V atmosféře o relativní vlhkosti 30 až 60% jsou hodnoty vyšší (cca 0,2), takový koeficient tření je ve srovnání s ostatními velmi nízký. Takový nízký koeficient tření dosahuje DLC vrstva a-C:H kvůli vzniku tribologické vrstvy, tzv. transferové vrstvy, která vzniká na opotřebovaném povrchu v kontaktu třecí dvojice. Bylo prokázáno, že na povrchu vzniká užitečný grafitický film. Tento důkaz pochází od autorů Ronkainen, Varjus, Koskinen, Holmberg, kteří prováděli tribologický test „Pin on Disc“ na vzorcích povlakovaných vrstvou a-C:H při vysokých rychlostech a zatížení. Při testování zjistili přítomnost grafitického uhlíku na úlomcích vrstvy, okrajích stopy a na „Pin“ tělísku. Grafit hraje hlavní roli v nízkém koeficientu tření a-C:H vrstev. Vysoká rychlost a velikost zatížení podporují grafitizaci. Vyšší rychlost zvýší

frekvenci kontaktu a tím dochází ke zvýšení teploty, díky které koeficient tření klesá, stopy opotřebení se zvětšují a prohlubují.

Naopak zvýšení koeficientu tření vlivem vlhkosti, je možné vysvětlit kondenzací vody v místech nerovností, která způsobí ochlazení, takže ke grafitizaci nemůže dojít a tím pádem se koeficient tření zvyšuje [5].

4.2 Aplikace tenkých uhlíkových vrstev (DLC)

Pro všechny výjimečné vlastnosti DLC vrstev a jejich modifikace je tento materiál vyhledávaný v různých oblastech, kde dnešním nárokům dosud používané povlaky nestačí a pomalu začínají být běžným řešením v několika průmyslových odvětvích [5]:

- Automobilový průmysl (motorové části, hydraulické části, části vstřikování paliva, spalovací prostor, ventilové rozvody),
- strojírenství (vstřikovací formy, textilní stroje, tiskařské stroje, nástroje pro obrábění)
- lékařství (implantáty, nástroje),
- optika (lasery, architektonická skla),
- elektrotechnika (ochranný a samomazný povlak pevných disků, izolační vrstva v mikroelektronice).

Zrcadla, která jsou používána v optickém zobrazování, časem degradují vlivem působení atmosféry, tudíž tento problém lze vyřešit použitím DLC vrstvy.

DLC vrstva je možná použít jako odolný povlak proti poškrábání skel brýlí, díky jejich schopnosti absorbovat viditelné světlo.

Tyto vrstvy jsou výhodné pro svoji nízkou depoziční teplotu, tudíž je možné vrstvu aplikovat na materiály s nízkým bodem tání, např. plasty. Současně je možné použít DLC vrstvu jako ochranu proti abrazi na slunečních čočkách vyrobených z polykarbonátů.

Velice rozšířené je použití uhlíkových vrstev jako korozní ochrana a ochrana proti opotřebení magnetických záznamových disků, kde tyto vrstvy jsou velmi tenké (<50 Nm). Deponovaná vrstva musí být korozivzdorná, odolná proti opotřebení, ale zároveň velice tenká, aby nebránila dosažení vysoké hustoty nahrávání. DLC vrstvy jsou ideální řešení.

Další možná aplikace je v medicíně, protože se DLC vrstvy jeví jako biokompatibilní, proto se vyvíjí vrstvy, které jsou možné použít v biologických prostředích. Hlavní důvod spočívá v agresivitě tělních tekutin, kvůli kterým dochází ke korozi. DLC vrstva umožňuje buňkám růst bez zánětlivých odpovědí. Díky jejich odolnosti proti tekutinám mohou uhlíkové vrstvy chránit implantáty proti korozi a sloužit jako difúzní bariéra. Je možné je deponovat na kloubní implantáty, součásti náhradních srdečních chlopní.

V automobilovém průmyslu a zejména na samotných částech motoru jsou DLC vrstvy ideálním řešením. Pro jejich nízký koeficient tření, vysokou tvrdost a odolnost proti opotřebení je možné povlakovat pístní kroužky, ventily, vodítka ventilů, vačky zdvihátek ventilů, ložiska. [5]

5. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

Cílem experimentální části bylo nanesení vhodné tenké vrstvy na substrát, který chemickým složením odpovídá materiálům, které jsou v praxi vystaveny třecím účinkům. Nejdříve byl materiál rozřezán na nízké válečky (substrát), které byly broušeny a vyleštěny. Po nanesení tenké uhlíkové vrstvy podobné diamantu (DLC), která má vynikající tribologické vlastnosti, byla měřena nanotvrdost vrstvy, tloušťka vrstvy, tribologie a vyhodnocení dosažených výsledků. Materiál hodnocených substrátů byl ocel a litina.

5.1 Charakteristika litinového a ocelového materiálu

5.1.1 Šedá litina

Litinový polotovar je z šedé litiny, který byl připraven a dodán z firmy Buzuluk a.s.. Šedá litina je slitina železa s uhlíkem, křemíkem, manganem a s dalšími prvky. Uhlík je v šedé litině vyloučen v podobě lupínků (lamel) jako lamelární grafit v perlitické nebo feritické matici.

Šedá litina se používá na odlitky, na které nejsou kladeny vysoké nároky na pevnost a houževnatost. Dobře tlumí rázy a má dobré kluzné vlastnosti.

Struktura:

Tvar grafitu je lamelárního typu A, přípustný je grafit typu B - růžicovitý, mírně přechlazený podle ČSN 42 0461, struktura matrice je perlitická, volný ferit max. 5% Steadit rovnoměrně rozložený ve tvaru síťový. Výskyt volného ledeburitu je nepřípustný.

Tab 1. Chemické složení šedé litiny

| C [%] | Si [%] | Mn [%] | P [%] | S [%] |
|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| 3,30-3,80 | 2,20-2,80 | 0,50-0,80 | 0,50-0,70 | 0,05-0,07 |

5.1.2. Ocel

Ocelový polotovar nástrojová je ocel třídy ČSN 19 552. Chrom – molybden - křemík - vanadová ocel ke kalení v oleji a na vzduchu s velmi dobrou prokalitelností, vysokou pevností za tepla a odolností proti popuštění, velmi dobrou houževnatostí a plastickými vlastnostmi při normálních i zvýšených teplotách. Ocel vykazuje velmi dobrou odolnost proti vzniku trhlinek tepelné únavy a malou citlivost na prudké změny teploty. Ocel je vhodná pro tepelné zpracování i na pevnosti přes 1800 N/mm² a na nástroje chlazené vodou. Je dobře tvárná za tepla a dobře obrobitelná ve stavu žíhaném na měkko.

Nástrojová ocel tohoto složení se používá na části forem pro tlakové lití slitin neželezných kovů. Nástroje pro tváření za tepla, zápusky. Dále se používá na matrice, trny, razníky chlazené vodou. Dalším použitím jsou průtláčnický a průtláčnice při protlačování a nástroje na stříhání. [13]

Tab 2. Chemické složení oceli

| | C [%] | Si [%] | Mn [%] | P [%] | S [%] | Cr [%] | Ni [%] | Mo [%] | V [%] |
|-----------|-----------|-----------|-----------|--------|--------|---------|--------|---------|-----------|
| Dle normy | 0,33-0,41 | 0,80-1,20 | 0,25-0,50 | <0,030 | <0,030 | 4,8-5,5 | - | 1,1-1,5 | 0,25-0,50 |
| skutečné | 0,37 | 1,03 | 0,35 | 0,009 | 0,002 | 5,11 | 0,19 | 1,31 | 0,470 |

5.2 Příprava vzorků

Prvním krokem při přípravě vzorků bylo rozřezání polotovarů obou materiálů na nízké válečky (cca 5mm), kvůli upnutí na tribometru. Rozřezání bylo provedeno na rozbrušovací pile DELTA Abrasimet Cutter od firmy Buehler.



Obr. 19 Rozbrušovací pila DELTA Abrasimet Cutter

Dále byly vzorky broušeny na rovinné brusce s magnetovým upnutím, leštěny pomocí diamantové pasty a nakonec osušeny lihem.



Obr. 20 Rozřezaný materiál litiny



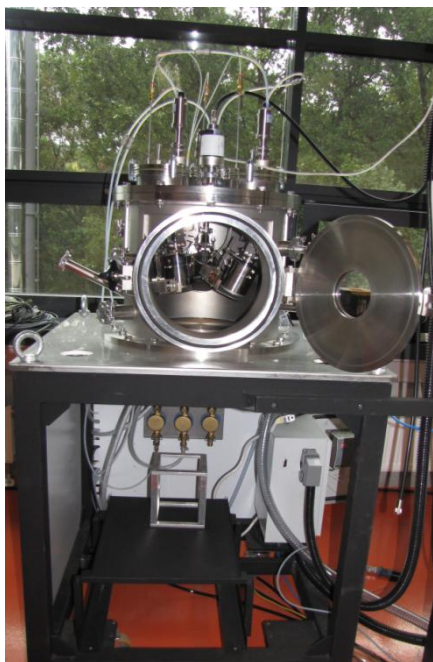
Obr. 21 Rozřezaný materiál oceli



Obr. 22 Připravené vzorky na depozici

5.3 Tvorba vrstev

Tenké vrstvy byly deponovány v laboratoři TUL, která vlastní dvě plazmové pece. Jsou to zařízení s vakuovými komorami fungující na principu RF PACVD a RF PACVD/MS. Pomocí první metody je možné vytvářet tenké vrstvy pomocí chemické metody nebo modifikovat povrch vysokofrekvenčním výbojem. Pomocí druhé metody je možné vytvářet gradientní nebo multivrstvy, spojením metody Magnetronového naprašování a chemické depozice podporované plazmou. Vybavení laboratoře Ústavu pro nanomateriály, pokročilé technologie a inovace TUL je na obr. 22 a 23.



Obr. 23 Metoda RF PACVD/MS



Obr. 24 Metoda RF PACVD

Před samotnou depozicí tenké vrstvy byly vzorky očištěny v acetonu a ultrazvukové vaně. Dále byly vzorky vloženy do komory a znovu čištěny pomocí iontového bombardování ionizováním inertní atmosféry (Argon). Ještě před aplikováním vrstvy DLC byla pomocí magnetronového naprašování deponována nanovrstva titanu, která slouží k lepší adhezi uhlíkových povlaků a snížení pnutí mezi substrátem a DLC vrstvou. DLC vrstvy byly nanášeny za 3 různých parametrů depozice vrstev na 3 ocelové a 3 litinové vzorky.

Parametry procesu tvorby vrstev:

Tab. 3 Parametry leptání povrchu substrátu

| | |
|----------------|--------------|
| Leptací napětí | -900 V |
| Tlak | 4 Pa |
| Plyn | Argon/10sccm |
| Čas | 10 min |

Tab. 4 Parametry nanášení gradientní vrstvy Ti pomocí magnetronového naprašování

| | |
|------------------|------------|
| Výkon magnetronu | 1,2 kW |
| Nanášecí napětí | -300 V |
| Tlak | 1,2 Pa |
| Plyn | Argon/sccm |
| Čas | 10 min |

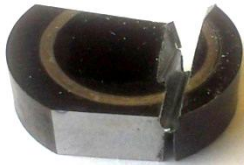





Po 10 minutách byl do komory postupně přidáván metan (CH_4) = 3 – 7 sccm po dobu 2,5 minut. To znamená zhruba 1sccm/1min. Ostatní parametry zůstali stejné.

Po této době byl postupně snižován výkon magnetronu z 1,2 kW na 1 kW po dobu 2 minut. To znamená 0,5kW/min. Po těchto podmínkách byl vypnut magnetron a následovalo samotné deponování DLC vrstev. Parametry procesu DLC vrstev je v tab. 5

Tab. 5 Parametry nanášení DLC vrstev metodou RF PACVD

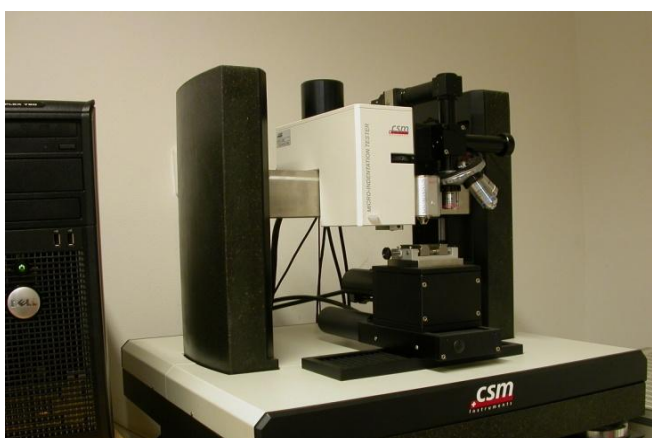
| | DLC 1 | DLC 2 | DLC 3 |
|-----------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| Nanášecí napětí | -200 V | -400 V | -600 V |
| Tlak | 20 Pa | 20 Pa | 20 Pa |
| Plyn | Metan CH_4 | Metan CH_4 | Metan CH_4 |
| Čas | 70 min | 45 min | 60 min |

Tab. 6 Fotografie vzorků po nanesení DLC vrstev

| Popis vzorku | Ocel | Litina |
|--------------|---|---|
| DLC 1 |  |  |
| DLC 2 |  |  |
| DLC3 |  |  |

5.4 Měření nanotvrdosti

K Měření nanotvrdosti tenkých vrstev nebo základních materiálů byl použit mikro/nanotvrdoměr CSM. Přístroj CSM měří při zatíženích do 10 N pro mikromodul a od 1 do 500 mN pro nanomodul. Tento přístroj k měření nanotvrdosti používá diamantový indentor typu Berkovitch, který má tvar pravidelného trojbokého jehlanu a mikrotvrdosti diamantový indentor typu Vickers, který má tvar pravidelného čtyřbokého jehlanu. Přístroj analyzuje dynamickou odezvu materiálu na zatěžování. Je možné určit změny mechanických vlastností (tvrdost, Youngův modul) v časovém průběhu pronikání hrotu do materiálu a lze je zaznamenat jako funkci hloubky vtisku.



Obr. 25 Mikro/Nanotvrdoměr CSM TUL

Nanotvrdost DLC vrstev:

Tab. 7 Hodnoty tvrdosti a Youngova modulu pro DLC 2

| Zatížení 2,5 mN | 400 V ocel | 400 V ocel | 400 V litina | 400 V litina |
|---|---------------|---------------|-----------------|-----------------|
| nanotvrdost -průměrná hodnota [HV] | 1162.8 | 1198.8 | 1144.2 | 1057.6 |
| nanotvrdost -směrodatná odchylka [HV] | 66.9 | 78.3 | 77.1 | 54.7 |
| Youngův modul - průměrná hodnota [GPa] | 105.3 | 108.8 | 104.4 | 101.5 |
| Youngův modul - směrodatná odchylka [GPa] | 4.1 | 5.9 | 13.2 | 16.5 |
| Hloubka proniknutí identoru – průměrná hodnota [nm] | 72.6 | 73.8 | 79.4 | 75.4 |
| Hloubka proniknutí identoru- směrodatná odchylka [nm] | 0.62 | 0.71 | 3.4 | 3.8 |

Tab. 8 Hodnoty tvrdosti a Youngova modulu pro DLC 3

| Zatížení 2 mN | 600 V ocel | 600 V ocel | 600 V litina | 600 V litina |
|---|---------------|---------------|-----------------|-----------------|
| nanotvrdost -průměrná hodnota [HV] | 1190.5 | 1031.7 | 1136.2 | 1005.2 |
| nanotvrdost -směrodatná odchylka [HV] | 53.6 | 88.3 | 70.4 | 64.8 |
| Youngův modul - průměrná hodnota [GPa] | 77.8 | 79.6 | 76.3 | 80.2 |
| Youngův modul - směrodatná odchylka [GPa] | 2.2 | 4.2 | 5.3 | 5.1 |
| Hloubka proniknutí identoru – průměrná hodnota [nm] | 102.3 | 104.3 | 102.7 | 104.4 |
| Hloubka proniknutí identoru- směrodatná odchylka [nm] | 1.6 | 3.1 | 2.4 | 3.1 |

Nanotvrdost vrstev byla měřena přístrojem CSM. Tento přístroj pracoval s diamantovým indentorem typu Berkovich. Tvrdost byla měřena v bodech vzdálených od sebe 150 μm . Na každém vzorku bylo provedeno 2x12 měření.

Mikrotvrdost referenčních (nepovlakovaných) vzorků:

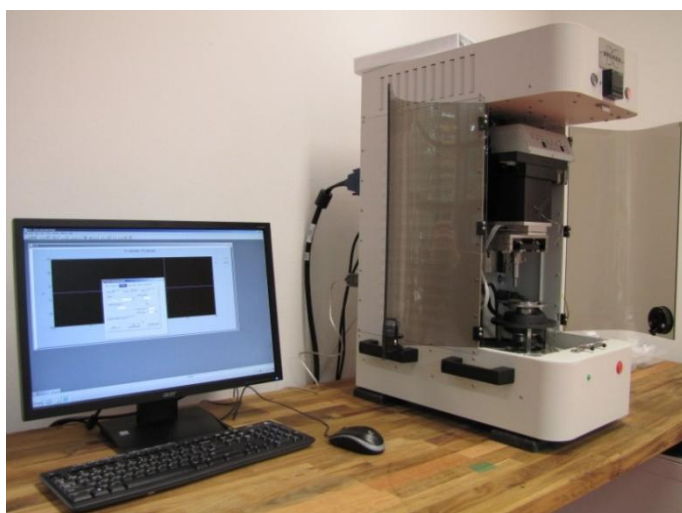
Tab. 9 Hodnoty mikrotvrdosti a Youngova modulu
pro referenční vzorky

| Zatížení 5 N | ocel | litina |
|---|-------|--------|
| mikrotvrdost -průměrná hodnota [HV] | 538.2 | 241.9 |
| mikrotvrdost -směrodatná odchylka [HV] | 8.4 | 49.3 |
| Youngův modul - průměrná hodnota [GPa] | 205.5 | 105.6 |
| Youngův modul - směrodatná odchylka [GPa] | 3.3 | 15.7 |

Mikrotvrdost byla měřena přístrojem CSM. Tento přístroj pracoval s diamantovým indentorem typu Vickers. Tvrdost byla měřena při zatížení 5 N v bodech vzdálených od sebe 200 μm . Na každém vzorku bylo provedeno 12 měření.

5.5 Tribologická zkouška

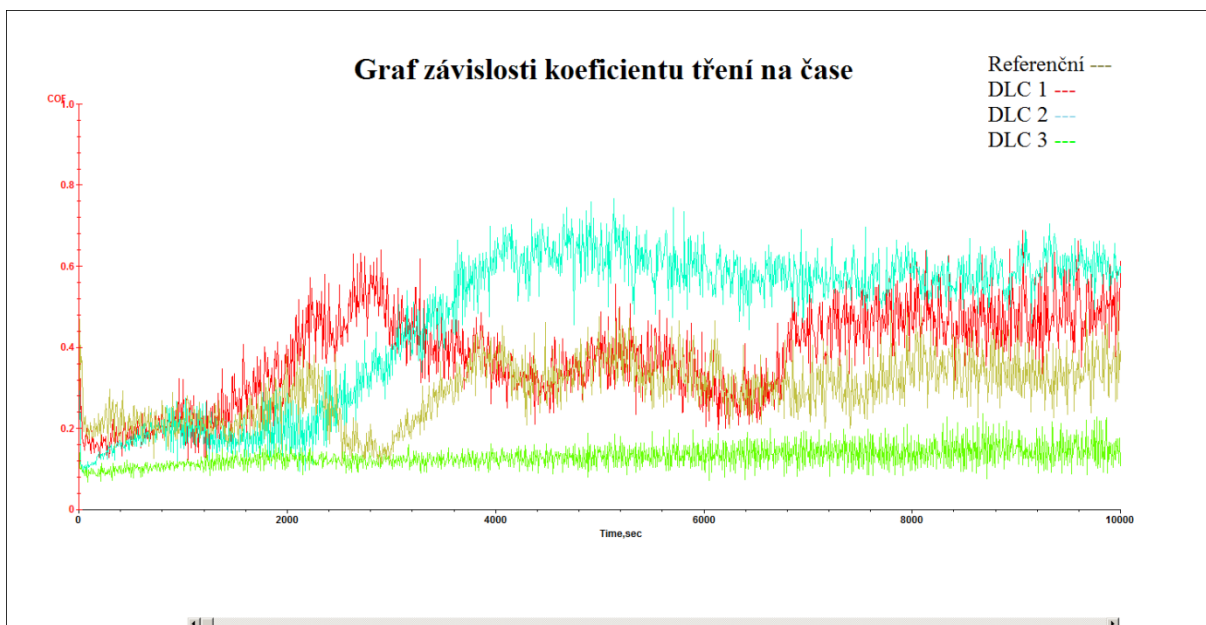
Měření tribologických vlastností bylo provedeno metodou „Ball On Disc“. Zkouška byla provedena tribometrem BRUKER (obr. 25). Tato metoda je v současné době používána nejen pro zkoumání tribologických vlastností, ale i k určení míry odolnosti povrchu při kontaktním namáhání povrchu. Tribologická zkouška je především zaměřena na určení koeficientu tření a jeho změny v průběhu zkoušky. Tribometr je vybaven vysokoteplotní komorou (do 1000°C), maximální zatěžovací síla je 50N, rychlost 4000 otáček za minutu. Zkoušky za zvýšených teplot lze provádět v inertní atmosféře, což omezuje oxidační jevy.



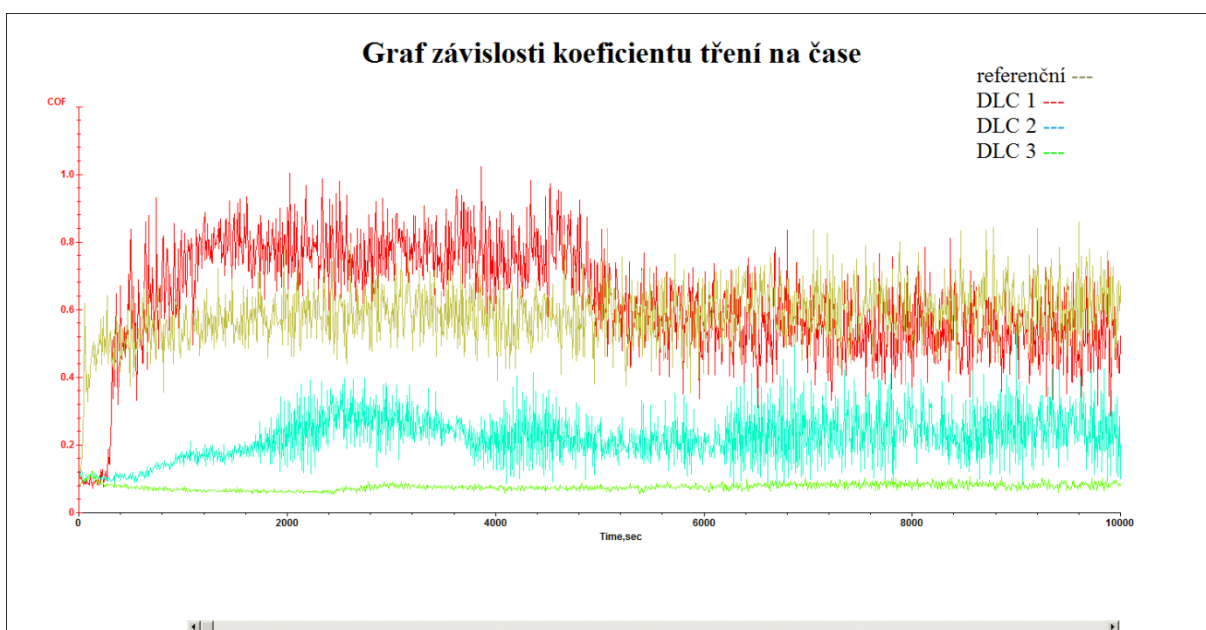
Obr. 26 Tribometr BRUKER v Laboratořích TUL

Tab. 10 Parametry tribologické zkoušky

| | |
|-----------------------|---------|
| Zatížení | 10 N |
| Materiál kuličky | Ocel |
| Teplota | 23°C |
| Lineární rychlost | 0,1 m/s |
| Poloměr dráhy kuličky | 7 mm |
| Délka kluzné dráhy | 1 km |



Graf 1. Graf změny koeficientů tření pro litinové vzorky



Graf 2. Graf změny koeficientů tření pro ocelové vzorky

Každý vzorek byl zkoušen po dobu 10 000 s, pro srovnání byl měřen vzorek bez DLC vrstvy, který je označen jako referenční. Vzorky jsou rozděleny podle depozičních parametrů (viz kapitola 5.2). Výsledné průměrné hodnoty koeficientu tření jsou uvedeny v tab. 5

Tab. 11 Tabulka koeficientů tření vzorků

| | Ocel | Litina |
|------------|-----------------|-----------------|
| Referenční | $0,58 \pm 0,31$ | $0,29 \pm 0,18$ |
| DLC 1 | $0,62 \pm 0,3$ | $0,37 \pm 0,22$ |
| DLC 2 | $0,22 \pm 0,13$ | $0,47 \pm 0,22$ |
| DLC 3 | $0,07 \pm 0,3$ | $0,13 \pm 0,06$ |

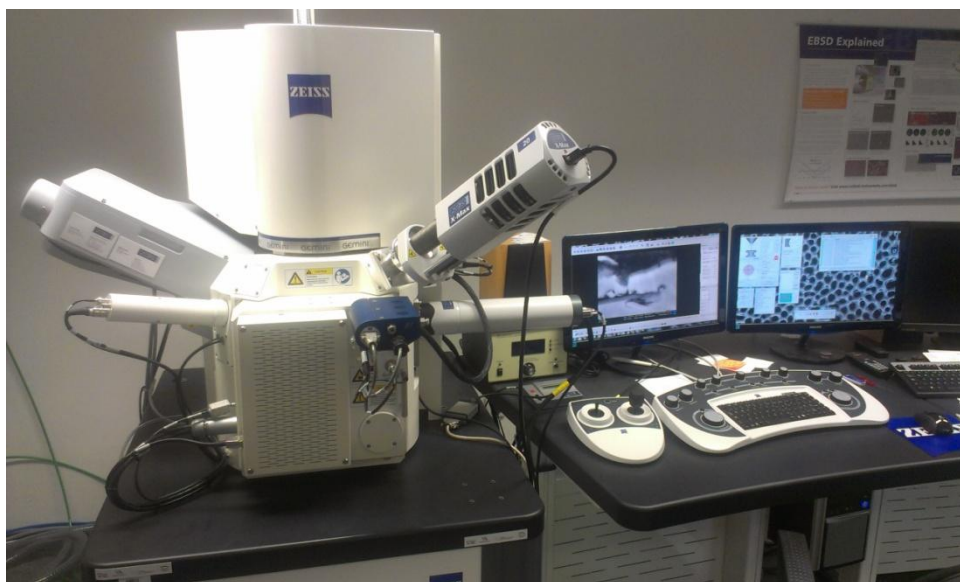
5.6 Zkoumání tloušťky vrstvy

Pro měření tloušťky vrstvy bylo nejprve potřeba rozříznout povlakované vzorky a následně zalisovat do dentakrylu. Po zalisování a vychladnutí byli vzorky broušeny na brusných papírech a následně leštěny pomocí diamantové emulze. Po skončení broušení a leštění byly výbrusy omyty lihem a vysušeny fénem.



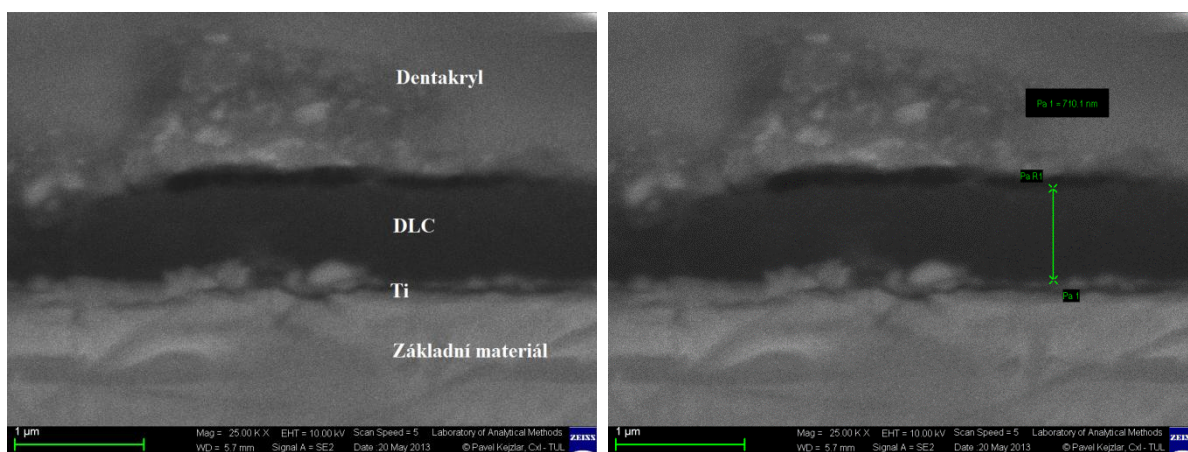
Obr. 27 Výbrusy vzorků

Měření tloušťky vrstvy bylo provedeno na rastrovacím elektronovém mikroskopu (SEM) Carl Zeiss ULTRA plus v laboratořích TUL. Výsledkem měření tloušťky tenkých vrstev, jsou snímky s kótami tloušťky vrstev, které jsou vyobrazeny níže.



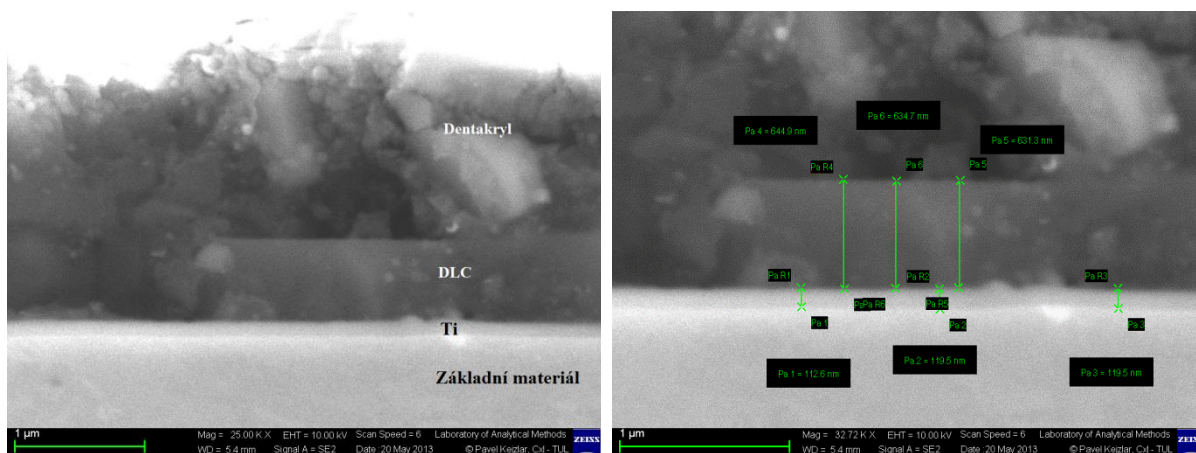
Obr. 28 Rastrovací elektronová mikroskopie TUL

Ocel DLC 1:



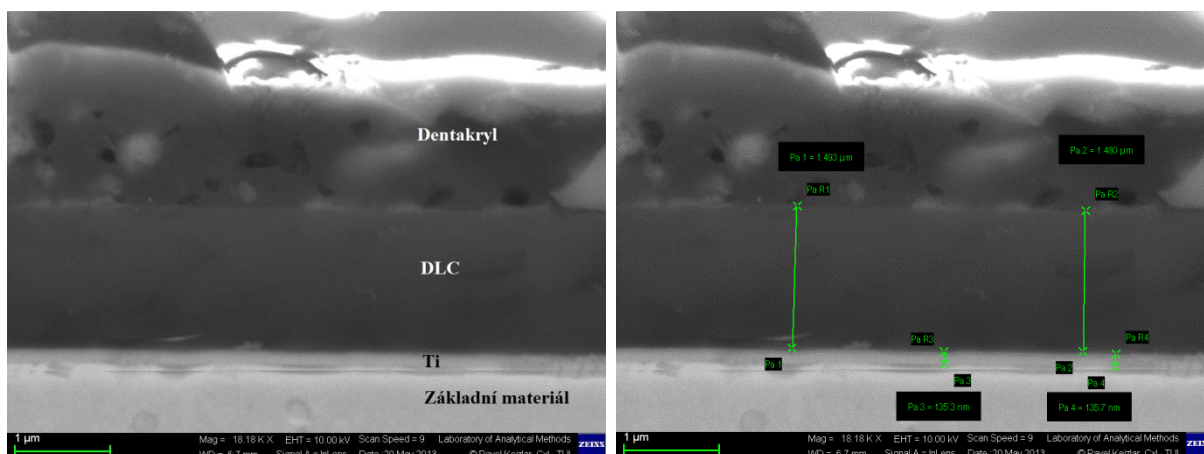
Obr. 29 a 30 Snímky tloušťky vrstev Ti a DLC 1 na oceli

Ocel DLC 2:



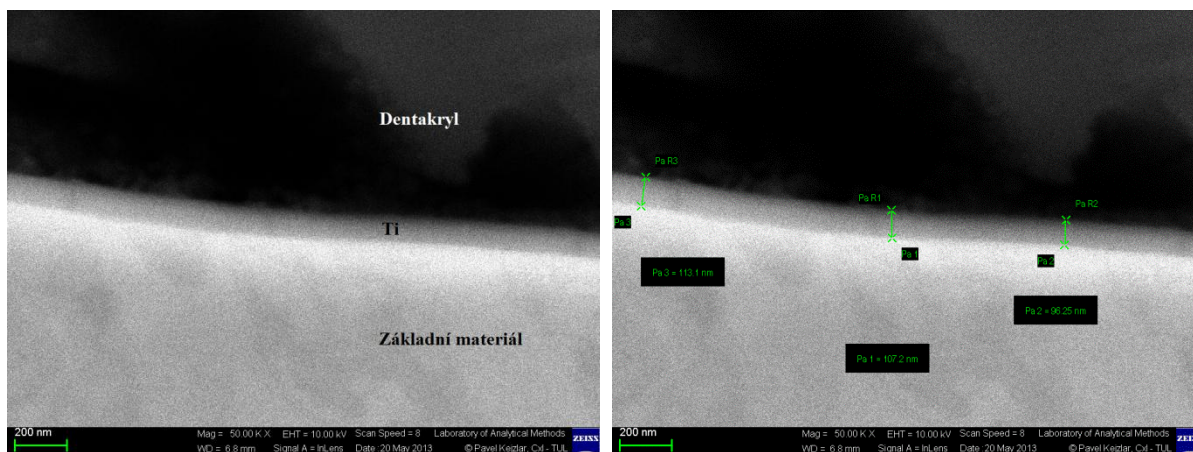
Obr. 31 a 32 Snímky tloušťky vrstev Ti a DLC 2 na oceli

Ocel DLC 3:



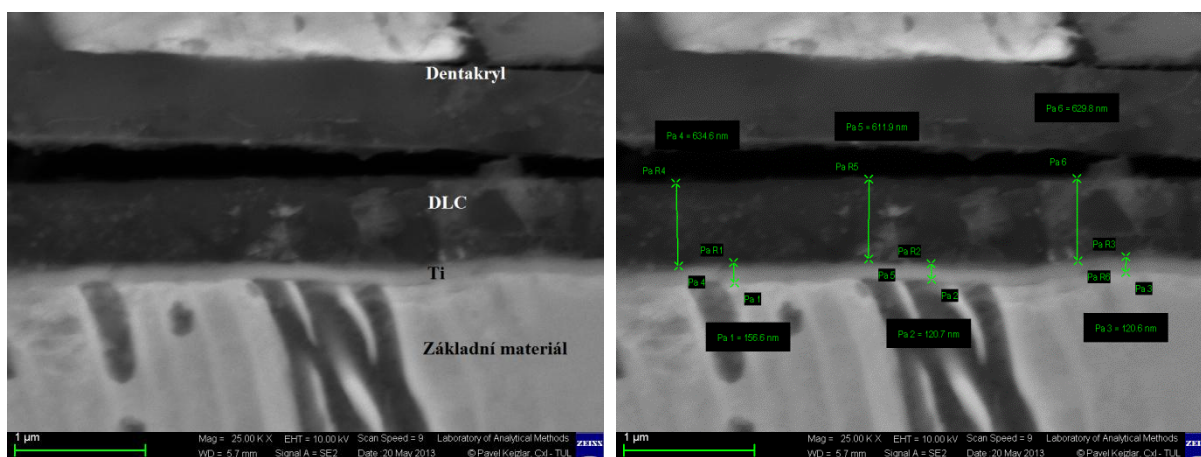
Obr. 33 a 34 Snímky tloušťky vrstev Ti a DLC 3 na oceli

Litina DLC 1:



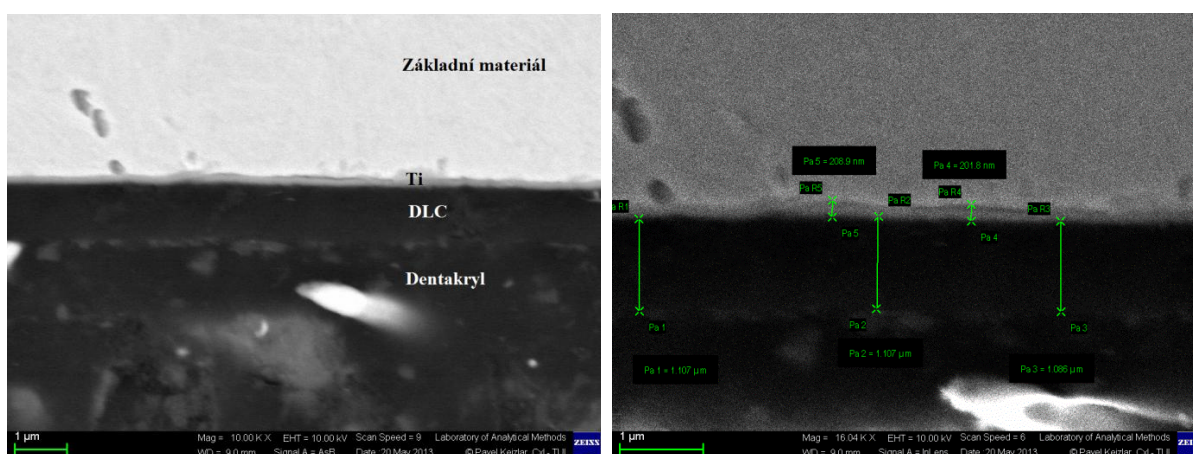
Obr. 35 a 36 Snímky tloušťky vrstev Ti a DLC 1 na litině

Litina DLC 2:



Obr. 37 a 38 Snímky tloušťky vrstev Ti a DLC 2 na litině

Litina DLC 3:



Obr. 39 a 40 Snímky tloušťky vrstev Ti a DLC 3 na litině

Tab. 12 Průměrné hodnoty tloušťky Ti a DLC vrstev na oceli

| | Ti [nm] | DLC [nm] |
|-------|---------|----------|
| DLC 1 | - | 710 |
| DLC 2 | 126,7 | 639,5 |
| DLC 3 | 142,8 | 1459,2 |

Tab. 13 Průměrné hodnoty tloušťky Ti a DLC vrstev na litině

| | Ti [nm] | DLC [nm] |
|-------|---------|----------|
| DLC 1 | 103,9 | - |
| DLC 2 | 131 | 630,8 |
| DLC 3 | 122,9 | 1102,2 |

6. Diskuze výsledků

Šedá litina je běžně používaný materiál na funkční části motoru, kterými jsou například vodítka ventilů, bloky motorů nebo vložky válců. Tento materiál má v základním stavu lepší tribologické vlastnosti než ocel a dobře tlumí rázy, avšak pro lepší vlastnosti je lepší povrchově modifikovaný materiál. Ocelový materiál třídy 19 552 je nástrojová ocel, která je využívána pro výrobu nástrojů především pro tvářecí technologie, kde dochází k vysokému opotřebení vlivem tření a vysokých tlaků.

Úkolem bylo najít vhodnou tenkou vrstvu, která dobře odolává tření a opotřebení. Tenké vrstvy DLC (Diamond Like Carbon) jsou pro své vynikající tribologické vlastnosti a vysokou tvrdost vhodným řešením pro tyto aplikace.

Tenké vrstvy byly deponovány metodou RF PACVD/MS. Nejdříve byla nanášena vrstva Titanu, kvůli lepší adhezi DLC vrstvy a hlavně kvůli mechanickému poškození DLC vrstvy. Na tři ocelové a na tři litinové vzorky byly nanášeny DLC vrstvy podle různých parametrů (tab. 5), které byly zkoušeny a porovnávány s referenčním vzorkem ocele a litiny. Referenční vzorky byly broušeny a leštěny.

Hodnocení nanotvrdosti a Youngova modulu (tab. 7 a 8) bylo provedeno na vrstvách DLC 2 a DLC 3, kvůli tloušťce vrstev, která u DLC 1 nebyla možná rozpoznat. Tvrdosti povlaků DLC 2 a 3 jsou i přes rozdílnou tloušťku povlaku podobné. Youngův modul je vyšší u vrstev DLC 2, to souvisí s menší tloušťkou uhlíkové vrstvy. Porovnáním tvrdosti vzorků s vrstvou a referenčních vzorků vyplynulo, že pro ocelové vzorky s vrstvou DLC 2 i 3 tvrdost 2x vyšší než povrch broušený a leštěný. U litinových vzorků je tvrdost oproti referenčnímu vzorku 5x vyšší.

Sledování tribologických vlastností metodou „Ball On Disc” potvrdila slabé tribologické vlastnosti na vzorcích bez vrstev, ale i DLC 1 a 2. Naopak vrstva DLC 3 dosáhla nejlepších vlastností. Na ocelovém vzorku bylo dosaženo koeficientu tření 0,07, směrodatná odchylka je 0,02. Na litinovém vzorku s vrstvou DLC 3 byl koeficient tření 0,13 a směrodatnou odchylkou 0,06, kde docházelo k většímu zadírání. Porovnáním grafů 1 a 2 (kap. 5.5) je zřejmé, že vlastnosti oceli s vrstvou DLC 3 jsou nejlepší. Zajímavým výsledkem je, že litinový referenční vzorek má lepší koeficient tření, než vzorky s DLC 1 a 2. Proto je litina stále využívána pro svoje tribologické vlastnosti.

Při měření tloušťky vrstvy (kap. 5.5) bylo zjištěno, že tloušťka vrstev roste s rostoucím napětím a celkovým časem depozice vrstev. Mezivrstva titanu byla vzhledem ke stejným parametrům u všech vrstev podobná. Nejsilnější vrstva byla vytvořena na ocelovém vzorku (DLC 3) podle tab. 12 a 13. Naopak tloušťku titanové a DLC 1 vrstvy se na ocelovém vzorku nepodařilo rozpoznat. U litinového vzorku byla rozpoznána vrstva Ti, která dosahovala standardní tloušťky okolo 100 nm. Takový výsledek tloušťky vrstvy mohl být způsoben nevhodnými parametry povlakovacího procesu.

K nejlepším výsledkům se dosáhlo nanesením vrstvy DLC 3. Tato vrstva by byla vhodná pro svoji tvrdost a tribologické schopnosti, které by našly uplatnění na motorových dílech, kterými jsou např. pístní kroužky, ventily, vodítka ventilů, vačkové hřídele. Vzhledem k nízkému koeficientu tření je možné snížit spotřebu paliva, zvýšit výkon a zvýšit celkovou účinnost motoru. Technologií vytváření tenkých vrstev DLC se dostává pouze závodním

strojům formule 1. Při dalším testování na konkrétních částech motoru je možné touto metodou povrchových úprav posunout automobilový průmysl dopředu.

7. Závěr

Bakalářská práce byla zpracována na 2 části. První teoretická část se zabývá typem a místům opotřebení, ke kterým dochází uvnitř spalovacího motoru. Dále jsou v práci zachyceny otázky metodiky vytváření tenkých vrstev chemickým, fyzikálním způsobem nebo kombinací těchto metod a jejich zkoušení. Dalším bodem teoretické části byl základní popis, vlastnosti a použití tenkých uhlíkových vrstev podobné diamantu. Druhá praktická část této práce obsahuje základní popis jednotlivých metod zkoušení a výsledky uvedené v tabulkách nebo ve formě grafů. Cílem praktické části bylo zjistit základní mechanické a tribologické vlastnosti vrstev pro praktické využití dílů takto povrchově modifikovaných. Jednotlivé kroky praktické části byly následující:

- Příprava vzorků pro depozici tenkých uhlíkových vrstev DLC (Diamond Like Carbon), (kap. 5.2),
- Vytvoření tenké vrstvy DLC metodou RF PACVD/MS za různých parametrů (kap. 5.3),
- Měření nano/mikrotvrdomosti DLC a nepovlakovaných vzorků a zjištění Youngova modulu (kap. 5.4),
- Měření tribologických vlastností DLC vrstev metodou „Ball On Disc“ a srovnání s referenčním (nepovlakovaným vzorkem), (kap. 5.5),
- Měření orientační tloušťky vrstvy na rastrovací elektronové mikroskopii (SEM), (kap. 5.6)

8. Literatura

- [1] SEDLÁČEK, Vladimír. *Povrchy a povlaky kovů*, České Vysoké Učení Technické v Praze, 1992
- [2] PEŠEK, M. *Snižování tření a opotřebení u spalovacích motorů*, Vysoké učení technické v Brně, nebylo možné dohledat datum tohoto článku
- [3] FAMFULÍK, MÍKOVÁ, KRZYŽANEK. *Teorie údržby*, Technická univerzita Ostrava, 2007
- [4] BITTNER, Jan. *Metody povlakování řezných nástrojů*, 2009
- [5] SOSNOVÁ, Martina. *Kluzné vrstvy a metody hodnocení adhezivně-kohezivního a tribologického chování*, 2006
- [6] MUSIL, Jindřich., VYSKOČIL, Jiří. *Tenké vrstvy nitridu titanu*, ACADEMIA Praha, 1989
- [7] KRAUS, V. *Povrchy a jejich úpravy*, 2000
- [8] BUBLÍKOVÁ, Petra. *Tvorba polykrystalických křemíkových struktur rekrystalizací amorfního křemíku deponovaného metodami PVD a CVD*, 2012
- [9] MATUŠKA, Martin. *Aplikace PVD povlaků pro frézování*, 2010
- [10] URL <<http://www.chempoint.cz/magnetronove-naprasovani>> 9.5.2013
- [11] TROJAN, Tomasz. *Možnosti vytvoření diamantových vrstev na slitinách hliníku pro technické využití*, 2008
- [12] URL <<http://ok1zed.sweb.cz/s/02-metallurgy/litina.txt>> 18.5.2013
- [13] URL <<http://www.jkz.cz/node/33>> 20.5.2013